Untersuchungen zur chemisch-statistischen Beschreibung eines Lebensmittels

INAUGURAL-DISSERTATION
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von Peter Rögner aus Berlin

1970

Untersuchungen zur chemisch-statistischen Beschreibung eines Lebensmittels

INAUGURAL-DISSERTATION
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Peter Rögner
aus Berlin

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

1. Gutachter: Prof.Dr. G.Schenck
2. Gutachter: Prof.Dr. W.Schulze

Tag der mündlichen Prüfung: 2.6.1970
Tag der Promotion:

Inhaltsverzeichnis

Literatur-
zusammen-
stellung.....6

Geschichtliche
Entwicklung
der mathema-
tischen Sta-
tistik in der
Lebensmittel-
Chemie.....8

Zielsetzung.....11

Die Berechnung
von theoreti-
schen Streu-
ungen bei gra-
vimetrischen
Methoden und
ihr Vergleich
mit empiri-
schen Streu-
ungen.....12

Die Berechnung
der theoreti-
schen Streu-
ung einer maß-
analytischen
Methode.....87

Die Streuung
des Stick-
stoff-Gehaltes
aus Mehrfach-
Bestimmungen.....103

Empirische
Streuungen
der Methode
der Fettbestim-
mung nach van
Gulik und der
Aschebestimmung.....109

Prüfen auf
Normalver-
teilung.....115

Mittelwerte
und Streu-
ungen.....124

Die Regres-
sionsanaly-
se eines
Lebensmit-
tels..... 124

(Forts.)

Erfahrungen
bei statistischen Erhebungen während des Routinebetriebes einer amtlichen Untersuchungsanstalt 148

Anhang:
Liste I.....152

Liste II.....154

Liste III.....160

Zusammenfassung 204

Lebenslauf.....207

Literatur

1) A.Beckel, Z.f.Unters.d.Lebensmittel 66, 158 -77 (1933)
2) A.Timpe u.J.Großfeld, Hdb.d.Lebensmittelchemie II/2,1438-56 (1935)
3) M.Hengst, Z.f.Unters.d.Lebensmittel 82, 19 -33 (1941)
4) R.Grau, Fleisch und Fleischwaren S.146 (1960)
5a) A.F.Lindner u.W.Stadelmann, Z.f.Lebensm.-Unters. u.Forsch. 115, 389-99(1961)
5b) L.Bertling, D.Fleischwirtsch. 49, 777-84 (1969)
6) H.Hadorn,Mitt.a.d.Geb.d.Lebensm.unters. u.Hygiene 54, 179-212(1963)
7) W.Hennig, Z.f.Lebensm.Unters.u.Forsch. 120,369-75 (1963)
8) J.B.Roos, FetteSeifenAnstrichm. 66, 182-91 (1964)
9) W.Wetzel, Statistische Formelsammlung II (1965)
10) A.Fincke, Dtsch.Lebensmittel-Rdschau. 64, 373-79 (1968)
11) W.S.Gosset("Student"),Metron V/3,105-120(1925)
12) R.A.Fisher, Statistical Methods for Research Workers (1925)
13) K.Doerffel, Beurteilung von Analysenverfahren (1962)
14) H.Kienitz, in Houben-Weyl:Physikalische Methoden I, 577-91 (1955)
15) G.Gottschalk, Statistik in der quantitativen chemischen Analyse (1962)

16) Pfalz Verlag Basel, Kleine Enzyklopädie: Mathematik (1969)
17) K.Doerffel,Hdb.d.Lebensmittelchemie II/2, 1194-1246(1967)
18) A.Linder, Statistische Methoden (1964)
19) U.Graf,H.-J.Henning u.K.Stange, Formeln und Tabellen der mathematischen Statistik(1966)
20) H.W.Lilliefors, J.Am.Statist.Ass. 62, 399-402 (1967)
21) Urteil des Schöffengerichts Berlin-Tiergarten vom 28.3.1963 - (230)1WiMs 37.62 (72.62)
22) Hdb.of Chemistry and Physics 44thEdition(1963)
23) W.Wetzel, M.-D.Jöhnk u.P.Naeve, Statistische Tabellen (1967)
24) B.Krol u.J.Meester, D.Fleischwirtsch. 43, 488-91 (1963)
25) W.G.Cochran, Biometrics 10 10, 417 (1954)
26) H.B.Mann u.A.Wald, Annals of Mathematical Statistics 13, 306-317 (1942)
27) C.A.Williams, J.Am.Statist.Ass. 45, 77-86 (1950)
28) P.Rögner u.A.Mahling. Mitt.bl.d.GDCh.-Fachgr. Lebensmittelchemie und Gerichtliche Chemie 22, 233 - 236 (1968)
29) S.Rudischer, D.Fleischwirtsch. 47, 1370 (1967)
30) R.A.Fisher, Statistische Methoden für die Wissenschaft (1956)

Geschichtliche Entwicklung der mathematischen Statistik in der Lebensmittel-Chemie

In lebensmittelchemischen Laboratorien fällt ein umfangreiches Zahlenmaterial über die Eigenschaften von Lebensmitteln an, so daß der Gedanke einer statistischen Aufarbeitung naheliegt.

Schon 1933 ordnete A.Beckel[1] die Merkmalswerte, zB.chemisch ermittelte Gehalte, von Milch und Milcherzeugnissen der Größe nach und stellte den Wert fest, der diese Rangfolge in zwei Hälften teilte. Das ist der Zentralwert oder Median. Durch Auszählen fand er den Bereich, in dem 90% aller Merkmalswerte symmetrisch um den Median liegen und nannte ihn Normalbereich. Innerhalb des Normalbereiches sollten sich die Merkmalswerte nur zufällig unterscheiden. Dagegen sollten alle Merkmalswerte außerhalb dieses Normalbereiches wesentlich oder signifikant von den übrigen abweichen.

1935 beschrieben A.Timpe und J.Großfeld[2] im "Handbuch der Lebensmittelchemie" Fehlerrechnung und Korrelationsanalyse. 1941 wies M.Hengst[3] auf die Bedeutung der Häufigkeitsverteilungen (absolute oder relative Häufigkeit in Abhängigkeit von den Merkmalswerten) für die Steuerung von Mahl- und Backprozessen hin.

1960 beschrieb R.Grau[4] ein graphisches Verfahren, wonachdie Merkmalswerte von Fleischerzeugnissen im geradlinigen Teil einer modifizierten Summenhäufigkeitskurve (in der die Gehalte gegen die fortlaufenden Nummern der nach der Größe geordneten Meßwerte -Rangnummern- aufgetragen waren) den Normalbereich darstellen sollen.

1961 wurden von A.F.Lindner und W.Stadelmann[5a] Treppenkurven zur Darstellung der Häufigkeit von Gehalten (die Merkmalsabszisse wurde dabei in fortlaufende gleiche Intervalle -Klassen- eingeteilt, die Ordinatenwerte ergeben sich aus der absoluten oder relativen Häufigkeit der Meßwerte in der jeweiligen Klasse) an Rohprotein, Wasser pro Rohprotein und Fett pro Rohprotein in Gelbwurst verwendet; die Normalbereiche wurden graphisch ohne mathematisch-statistische Begründung festgelegt. Dieses Verfahren der Ermittlung des Normalbereichs wird bis in die jüngste Zeit angewendet.[5b]

1963 veröffentlichte H.Hadorn[6] eine statistische Auswertung von internationalen Ringversuchen über Zuckerbestimmungen in Schokolade; dabei verwendete er anstelle des Median das arithmetische Mittel, er berechnete Schätzwerte der Streuungen und benutzte weitere statistische Methoden für kleine Stichproben.

Im selben Jahr legte W.Hennig[7] unter Annahme der Normalverteilung (auch bei Quotienten) als Normalbereich für die Gehalte an Fett, Fett in der Trockenmasse, Rohprotein, Fett pro Rohprotein und Wasser pro Rohprotein den zentralen Bereich fest, in dem 70% aller Einzelwerte anzutreffen wären (unter Voraussetzung der Normalverteilung).

1964 zitierte J.B.Roos[8] statistische Literatur, wonach Quotienten normalverteilter Merkmale nicht normal verteilt sind(Cauchy-verteilt!- W.Wetzel[9]).

1967 hielt W.Wetzel einen Kursus über statistische Qualitätskontrolle für Lebensmittelchemiker ab.

Im folgenden Jahr erläuterte A.Fincke[17] in seinem Hauptvortrag im Rahmen der Tagung "Lebensmittelanalytik unter besonderer Berücksichtigung der Qualitätskontrolle" Häufigkeitsverteilungen und Hypothesentests.
Schon Anfang des Jahrhunderts wurde zB. von W.S.Gosset ("Student")[11] und R.A.Fisher[12] die für kurze analytische Meßreihen notwendige Statistik kleiner Stichproben entwickelt.
Etwa 1960 erschienen chemisch-statistische Lehrbücher (K.Doerffel,H.Kienitz,G.Gottschalk).[13,14,15]
Weiterhin wurden geeignete Rechenmaschinen angeboten. Somit sind nunmehr die Voraussetzungen geschaffen, die dem Chemiker neben der Analyse und Beurteilung von Lebensmitteln die Anwendung statistischer Methoden ermöglichen und erleichtern.

Im Zuge dieser Entwicklung konstituierte sich Anfang 1969 im Rahmen der Gesellschaft Deutscher Chemiker die Arbeitsgruppe "Statistik in der Lebensmittelanalyse".

Zielsetzung

Das Ziel dieser Arbeit ist die mathematisch-statistische Beschreibung eines Lebensmittels auf Grund chemischer Untersuchungen.

Dabei soll geprüft werden, ob sich das "Fehlerfortpflanzungsgesetz" von G.F.Gauß [76] in Verbindung mit der "Theorie der Streuungszerlegung" von A.Mahling (noch nicht veröffentlicht) zur Berechnung von Streuungen festgelegter,(lebensmittel)chemischer Routinemethoden eignet. Dazu sollen die so berechneten, theoretischen, Streuungen mit den aus Mehrfachbestimmungen [77] im Routinebetrieb ermittelten, empirischen,Streuungen verglichen werden.

Weiterhin soll untersucht werden, ob sich die Verteilung von chemischen Gehalten in einem Lebensmittel bestimmter Art (von verschiedenen Berliner Herstellern) durch eine Normalverteilung approximieren läßt. [78,79,80] Dazu soll eine möglichst große Stichprobe von Berliner Bockwürsten und Würstchen bei verschiedenen Fleischern in sämtlichen Bezirken des Landes Berlin entnommen werden(nach Auskunft der Berliner Fleischerinnung sind beide Brühwurstsorten aus der gleichen Wurstmasse -Brät- hergestellt [27]).

Ferner soll geprüft werden, ob sich die Trockenmasse eines Lebensmittels als Funktion ihrer Bestandteile in Form einer Linearregression [81] darstellen läßt und ob sich diese Trockenmassenregression durch fremde Zusätze verändert.

Schließlich soll über die Erfahrungen berichtet werden, die während der statistischen Erhebung -innerhalb einer amtlichen Untersuchungsanstalt- gemacht werden.

Die Berechnung von theoretischen Streuungen bei gravimetrischen Methoden und ihr Vergleich mit empirischen Streuungen

Einführung in die Theorie: Die chemisch-analytische Methodenstreuung wurde mit Hilfe des Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes und der "Theorie der Streuungszerlegung" von A.Mahling (noch nicht veröffentlicht) untersucht.[16]

Die in der Berechnungsformel für die Bestimmungsgröße (zB. Gehalt an Trockenmasse, an Extraktionsfett) enthaltenen Meßgrößen,"primäre Einflußgrößen", sind zusammengesetzt aus dem Nennwert der primären Einflußgröße E* und der kleinen Biasfunktion b(E) der primären Einflußgröße E. Diese Beziehung lautet:

$$E = E^* + b(E) \qquad (1$$

Der Nennwert wird als frei von systematischen und zufälligen Meßfehlern gedacht, so daß alle vorkommenden Fehler solche der kleinen Biasfunktion sind. Die systematische Abweichung (Bias) einer Methode wird hier nicht betrachtet, zumal vielfach bei lebensmittelchemischen Methoden (zB. bei Trocknungsverlust, Extrakt durch Lösungsmittel) Normale nicht existieren. ($E = E^*$ und $\sigma^2(E) = \sigma^2 b(E)$)

Auf Gleichung (1) wird das Gaußsche Fehlerfortpflanzungsgesetz angewandt, mit dessen Hilfe man letztlich die theoretische Methodenstreuung ermittelt.

In der kleinen Biasfunktion sind die "nicht primären Einflußgrößen"(zB. Trocknungsgeschwindigkeit, Trockendauer), die auf die Streuung der primären Einflußgrößen einwirken, enthalten. Da alle Einflußgrößen unabhängig von einander gemessen wurden, brauchen Kovarianzen fast nie berücksichtigt zu werden.

Die so bestimmte theoretische Streuung einer Methode wird mit der empirischen Streuung aus Mehrfachbestimmungen[19] verglichen. Bei unbekannter Grundgesamtheit kann man für Streuungen jedoch nur Schätzwerte s^2 erhalten:

$$s^2(Z) = \frac{\sum_{i=1}^{n} (Z_i - \bar{Z})^2}{n-1} = \frac{SQA(Z)}{f} \qquad (2)$$

mit i=1,2...n

Z_i = i-ter Einzelwert der Bestimmungsgröße

$\bar{Z} = \frac{\sum_i Z_i}{n}$ = arithmetischer Mittelwert

n = Anzahl der Einzelwerte (Stichprobenumfang)

f = n-1 = Zahl der Freiheitsgrade

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert.

Im Falle von Mehrfachbestimmungen an verschiedenen Proben gilt für den Schätzwert der gemeinsamen Streuung:

$$s^2(Z) = \frac{\sum_j f_j s_j^2(Z)}{\sum_j f_j} = \frac{\sum_j SQA_j(Z)}{\sum_j f_j} \qquad (3)$$

mit j=1,2...m

$f_j = n_j - 1$ = Zahl der Freiheitsgrade der j-ten Probe

$s_j^2(Z)$ = Streuung innerhalb der j-ten Probe.

Bei Doppelbestimmungen an m Proben ist

$$s^2(Z) = \frac{\sum_j (Z_{1j} - Z_{2j})^2}{2m} = \frac{SQD(Z)}{2f} \qquad (4)$$

Z_{1j} = 1.Bestimmung an der j-ten Probe

Z_{2j} = 2.Bestimmung an derselben Probe

SQD = Summe der quadrierten Differenzen

Die Schätzwerte der Streuungen werden mit Hilfe der Helmert-Pearson- oder Chiquadrat-Verteilung[19] in die für das Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsgesetz benötigten Unter- und Obergrenzen der Streuungen (σ_u^2 und σ_o^2) verwandelt:

$$\sigma_u^2 = \frac{f \cdot s^2}{\chi^2_{\alpha=0.025;f}} = \frac{SQA}{\chi^2_{\alpha=0.025;f}} \qquad (5)$$

$$\sigma_o^2 = \frac{f \cdot s^2}{\chi^2_{\alpha=0.975;f}} = \frac{SQA}{\chi^2_{\alpha=0.975;f}} \qquad (6)$$

α = Unter-, Überschreitungswahrscheinlichkeit.

Decken sich die Streuintervalle für die theoretische Streuung ($\sigma^2_{\mu;u}$ und $\sigma^2_{\mu;o}$) und die empirische Streuung (zwischen $\sigma^2_{c;u}$ und $\sigma^2_{c;o}$), dann ist die Methode fehlerdicht.
Das Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsgesetz gibt die Streuung für die abhängige Größe

$$y = F(x_1, \ldots x_i \ldots, x_n) \text{ an,} \qquad (7)$$

wenn die x_i unabhängig voneinander gemessen wurden (ohne Kovarianzen), und lautet:

$$\sigma^2_\mu(y) = \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{\partial y}{\partial x_i}\right)^2 \cdot \sigma^2_{x_i} = \sum_{i=1}^{n} \ddot{U}^2(y, x_i) \cdot \sigma^2_{x_i} \qquad (8)$$

(Gauß'sches Fehlerfortpflanzungsgesetz[16])

Die Quadrate der partiellen Ableitungen nach den Einflußgrößen werden Übertragungsfaktoren $\ddot{U}^2(y,x_i)$ genannt und sind ein Maß für die "Vehemenz" des Einflusses der Streuung einer Einflußgröße auf die Streuung der Zielgröße (y).

"Der Übertragungsfaktor einer nicht primären Einflußgröße (npE) auf die theoretische Methoden-Streuung der Bestimmungsgröße für den Weg über eine primäre Einflußgröße (pE) ist gleich dem Produkt aller auf diesem Wege liegenden Übertragungsfaktoren"(A.Mahling).

$$\ddot{U}^2(Z,npE) = \ddot{U}^2(Z,pE).\ddot{U}^2(pE,npE) \qquad (9)$$

Für die Nennwerte, die in die Übertragungsfaktoren eingesetzt werden, können im Fall kleiner Streuungen die Mittelwerte $\bar{x}$ oder im Falle größerer Schätzwerte der Streuungen s^2 die unteren und oberen Vertrauensgrenzen der Einzelwerte[17]

$$x^*_u = \bar{x} - t_{(1-\alpha;f)} \cdot s \qquad (10)$$
$$x^*_o = \bar{x} + t_{(1-\alpha;f)} \cdot s \qquad (11)$$

t = Studentfaktor zur zentralen Sicherheit 1-α

oder nach A.Mahling die Extremwerte der Größenfolge

$$x_{[1]} \cdots x_{[i]} \cdots x_{[n]}$$

$$x^*_u = x_{[1]} \qquad (12)$$
$$x^*_o = x_{[n]} \qquad (13)$$

verwendet werden.

Die behandelten gravimetrischen Routine-Methoden:
Homogenisierung: Nach Entfernen des Wurstdarmes werden ca. 150 g Wurst in ca. 3 cm lange Stücke zerschnitten und im Mixgerät bis zur visuellen Homogenität zerkleinert. Das Homogenisat wird in dichte Schraubgläser randvoll eingefüllt. Wenn die Gläser mit Brät im Kühlschrank aufbewahrt werden, müssen sie vor Entnahme der Analysensubstanz vorerst mindestens eine Stunde bei Raumtemperatur belassen werden und dann mit einem Glasstab durchgemischt werden.

Bestimmung des Gehaltes an Trockenmasse: Flache Aluminiumschalen (Durchmesser 9 cm, Höhe 2 cm, Wandstärke 1mm) werden mit je einem stempelförmig gestauchten Glasstab (Länge ca. 7 cm) beschickt und mit geglühtem, feinem Seesand möglichst auf 70,5 g tariert (zur schnellen Ermittlung des Leergewichts). Nach dreistündiger Trocknung bei 110°C werden die Schalen im Exsikkator über Blaugel aufbewahrt.
Zur Bestimmung werden die Sandschalen innerhalb von ca. 1 min nach Entnahme aus dem Exsikkator auf 5 Stellen nach dem Komma gewogen (G_{LA} in g). Innerhalb von ca. 1 1/4 min werden ca. 8 g Brät aufgegeben und das Naßgewicht festgestellt (G_E in g) Unter Zugabe von 95%igem Äthanol wird Brät und Sand mit dem Glasstab innig verrieben, wobei ein untergelegter, weißer Papierbogen dazu dienen soll, evtl. herausgespritzten Sand zu erkennen und zurückzubefördern. Die Schalen werden auf einer erwärmten Unterlage unter gelegentlichem Rühren (um Verkrustungen an der Oberfläche zu vermeiden) ca. 1/2 Stunde bis zur krümeligen Konsistenz vorgetrocknet. Nach Einlegen des Glasstabes wird ca. 3 1/2 Stunden im Lufttrockenschrank bei 103°C Nenntemperatur getrocknet. Danach werden die Schalen für ca. 2 Stunden in einen Exsikkator übergeführt und anschließend werden die Schalen innerhalb von ca. 1 min nach Entnahme aus dem Exsikkator gewogen (G_A in g).
Die Berechnungsformel für den Trockenmassegehalt T lautet:

$$T = \frac{G_A - G_{LA}}{G_E - G_{LA}} \cdot 100 \ (g/100g) \qquad (14)$$

Bestimmung des Gehalts an Extraktionsfett: Die 250 ml-Kolben von Soxhletextraktoren werden dem Glasschrank entnommen und samt Siedesteinen auf 4 Stellen nach dem Komma innerhalb von ca. 1 min gewogen (G_{LAK} in g). Der Inhalt (samt Glasstab) der Sandschale nach der Auswaage zur Trockenmassenbestimmung wird in die Papp-Hülse (Länge 9 cm, Durchmesser 3,5 cm) übergeführt und mit fettfreier Wolle verschlossen. Die Sandschale wird dann mit 5 Portionen von je 10 ml chemisch reinem Methylenchlorid ausgeschwenkt und über einen Trichter mit Faltenfilter durch den Hülsenteil in den Kolben einfiltriert. Ca. 140 ml Methylenchlorid werden nachgegossen. Nach Aufstecken des Intensivkühlers wird ca. 9 Stunden extrahiert. Nach Entfernen der Papp-Hülse wird das Methylenchlorid vom Kolben in den Hülsen-Aufsatz abdestilliert (bis zum Blasenwerfen des Extraktionsrückstandes).
Der Fettkolben wird ca. 5 Stunden im Lufttrockenschrank bei 103°C (Nennwert) getrocknet. Nach ca. 2 stündigem Abkühlen im Exsikkator über Blaugel wird innerhalb von ca. 1 min gewogen (G_{AK} in g).
Die Berechnungsformel für den Extraktions-Fettgehalt F lautet:

$$F = \frac{G_{AK} - G_{LAK}}{G_E - G_{LE}} \cdot 100 \ (g/100g) \qquad (15)$$

G_{LE} und G_{LA} (s.Seite 16) sind identisch.

Spezielle "Theorie der Streuungszerlegung" zu beiden gravimetrischen Methoden: Mit Gl. (1) geht Gl.(14) über in

$$T = 100 \cdot \frac{[G_A^* + b(G_A)] - [G_{LE}^* + b(G_{LE})]}{[G_E^* + b(G_E)] - [G_{LE}^* + b(G_{LE})]} \qquad (16)$$

$$F = 100 \cdot \frac{[G_{AK}^* + b(G_{AK})] - [G_{LAK}^* + b(G_{LAK})]}{[G_E^* + b(G_E)] - [G_{LE}^* + b(G_{LE})]} \qquad (17)$$

Gl. (16) läßt sich umwandeln in

$$T = 100 \cdot \frac{[G_A^* - G_{LE}^*] + [b(G_A) - b(G_{LE})]}{[G_E^* - G_{LE}^*] + [b(G_E) - b(G_{LE})]} \qquad (18)$$

$$= 100 \cdot \frac{G_A^* - G_{LE}^*}{G_E^* - G_{LE}^*} \cdot \frac{1 + (b(G_A) - b(G_{LE}))/(G_A^* - G_{LE}^*)}{1 + (b(G_E) - b(G_{LE}))/(G_E^* - G_{LE}^*)} \qquad (19)$$

entsprechend Gl. (17) in

$$F = 100 \cdot \frac{[G_{AK}^* - G_{LAK}^*] + [b(G_{AK}) - b(G_{LAK})]}{[G_E^* - G_{LE}^*] + [b(G_E) - b(G_{LE})]} \qquad (20)$$

$$= 100 \cdot \frac{G_{AK}^* - G_{LAK}^*}{G_E^* - G_{LE}^*} \cdot \frac{1 + (b(G_{AK}) - b(G_{LAK}))/(G_{AK}^* - G_{LAK}^*)}{1 + (b(G_E) - b(G_{LE}))/(G_E^* - G_{LE}^*)} \qquad (21)$$

Für $x,y \ll 1$ ist $\frac{1+x}{1+y} = 1 + x - y$ (22)

Unter der Voraussetzung, daß

$G_A^* - G_{LE}^* = \Delta G_A^* \gg b(G_A) - b(G_{LE})$
$G_{AK}^* - G_{LAK}^* = \Delta G_{AK}^* \gg b(G_{AK}) - b(G_{LAK})$
$G_E^* - G_{LE}^* = \Delta G_E^* \gg b(G_E) - b(G_{LE})$

kann eine Reihenentwicklung gemäß Gl. (22) vorgenommen werden.
Die Gleichungen (19) und (21) gehen dann über in

$$T = T^* \left[1 + \frac{b(G_A) - b(G_{LE})}{\Delta G_A^*} - \frac{b(G_E) - b(G_{LE})}{\Delta G_E^*}\right] \quad (23)$$

$$F = F^* \left[1 + \frac{b(G_{AK}) - b(G_{LAK})}{\Delta G_{AK}^*} - \frac{b(G_E) - b(G_{LE})}{\Delta G_E^*}\right] \quad (24)$$

Mit $\Delta G_A^* = \frac{T^* \cdot \Delta G_E^*}{100}$ (25)

und

$$\Delta G_{AK}^* = \frac{F^* \Delta G_E^*}{100} \quad (26)$$

(aus den Berechnungsformeln für die Nennwerte der Bestimmungsgrößen T* und F*) ergibt sich durch Einsetzen in die Gleichungen (23) und (24)

$$T = T^* + \frac{100}{\Delta G_E^*} \cdot (b(G_A) - b(G_{LA})) - \frac{T^*}{\Delta G_E^*} (b(G_E) - b(G_{LE})) \quad (27)$$

$$F = F^* + \frac{100}{\Delta G_E^*} \cdot (b(G_{AK}) - b(G_{LAK})) - \frac{F^*}{\Delta G_E^*} (b(G_E) - b(G_{LE})) \quad (28)$$

Da nach A.Mahling die theoretische Methoden-Streuung gleich den Streuungen aus den kleinen Biasfunktionen ist, wenden wir auf die Gleichungen (27) und (28) das Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsgesetz (Gl. 8) an. Die Übertragungsfaktoren werden durch partielle Differentiation nach den kleinen Biasfunktionen gebildet(die Nennwerte haben definitionsgemäß keine Streuung).

$$\sigma_{M_t}^2(T) = \sigma_b^2(T) = \left(\frac{100}{\Delta G_E^*}\right)^2 \cdot \sigma_b^2(G_A) + \left(\frac{T^*}{\Delta G_E^*}\right)^2 \cdot \sigma_b^2(G_E) + \left(\frac{T^* - 100}{\Delta G_E^*}\right)^2 \cdot \sigma_b^2(G_{LE}) \quad (29)$$

$$\sigma_{M_t}^2(F) = \sigma_b^2(F) = \left(\frac{100}{\Delta G_E^*}\right)^2 \cdot [\sigma_b^2(G_{AK}) + \sigma_b^2(G_{LAK})] + \left(\frac{F^*}{\Delta G_E^*}\right)^2 \cdot [\sigma_b^2(G_E) + \sigma_b^2(G_{LE})] \quad (30)$$

Die aus den vorstehenden Gleichungen exzerpierten Übertragungsfaktoren von den Streuungen der primären Einflußgrößen auf die Streuung der Bestimmungsgröße lauten beim Trockenmassegehalt

$$\ddot{U}^2(T,G_A) = \left(\frac{100}{\Delta G_E^*}\right)^2,\ \ddot{U}^2(T,G_E) = \left(\frac{T^*}{\Delta G_E^*}\right)^2,\ \ddot{U}^2(T,G_{LE}) = \left(\frac{T^*-100}{\Delta G_E^*}\right)^2 \qquad (31)$$

und beim Extraktionsfettgehalt

$$\ddot{U}^2(F,G_{AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{LAK}) = \left(\frac{100}{\Delta G_E^*}\right)^2,\ \ddot{U}^2(F,G_E) = \ddot{U}^2(F,G_{LE}) = \left(\frac{F^*}{\Delta G_E^*}\right)^2 \qquad (32)$$

Die kleine Biasfunktion hat unter der Berücksichtigung des Luftauftriebs folgende Gestalt

$$b(G) = \sum_i g_i + L_G - L_0 - (m_0 + \sum_k a_k \cdot e_k) \cdot Y_G \cong 0 \qquad (33)$$

$b(G)$ = kleine Biasfunktion der Gewichtsablesung

g_i = i-tes abgehobenes Schaltgewicht an der Substitutionswaage

L_G = Skalenablesung der Waage mit Last

L_0 = Skalenablesung der Waage ohne Last

m_0 = scheinbare Masse des Wägeguts, wenn alle Änderungen der nicht primären Einflußgrößen verschwinden

a_k = Koeffizient der k-ten nicht primären Einflußgröße

e_k = k-te nicht primäre Einflußgröße

Y_G = Auftriebsterm der Gewichtsablesung bei Gleichgewicht an der Substitutionswaage und bei Anwendung des idealen Gasgesetzes auf die Luftdichte

$$Y_G \cong 1 - \left(\frac{1}{\rho_w} - \frac{1}{\rho_G}\right) \cdot \rho_L^* \cdot \frac{[T^*] \cdot p}{[T] \cdot p^*} \qquad (34)$$

ρ_L^* = Dichte der Luft g/ml
$\bar{\rho}_w$ = mittlere Dichte des Wägegutes g/ml
ρ_e = Dichte der Gewichtsstücke g/ml
$[T]$ = Lufttemperatur ^oK
P = Luftdruck in Torr

Durch partielle Differentiation der kleinen Biasfunktion nach den nicht primären Einflußgrößen erhalten wir das Fehlerfortpflanzungsgesetz für die Streuung der kleinen Biasfunktion

$$\sigma^2_b(G) = \sigma_e^2\left(\sum_i g_i\right) + \sigma_e^2(L_G) + \sigma_e^2(L_o) + Y_e^2\left[\sigma_e^2(m_o) + \sum_\kappa (a^*)^2 \cdot \sigma_e^2(e_\kappa) + \sum_\kappa (e^*)^2 \cdot \sigma_e^2(a_\kappa)\right] + (m_o + \sum_\kappa a_\kappa \cdot e_\kappa)^2 \cdot \sigma^2(Y_G) \qquad (35)$$

Der Index e soll auf die experimentelle Ermittlung hinweisen. Die Streuung des Auftriebsterms lautet

$$\sigma^2(Y_G) = \left[\left(\frac{1}{\bar{\rho}_w} - \frac{1}{\rho_G}\right) \cdot \rho_L^*\right]^2 \cdot \left[\frac{\sigma_e^2(\vartheta)}{[T^*]^2} + \frac{\sigma_e^2(P)}{(P^*)^2}\right] \qquad (36)$$

da $\bar{\rho}_w$ und ρ_e keine wesentliche Streuung zugewiesen wird. Ferner ist $\sigma_e^2([T]) = \sigma_e^2(\vartheta)$; dies ergibt sich aus der Differentiation von $T = 273{,}16 + \vartheta$ (mit $\vartheta\,^oC$).

Die Gleichung (35) vereinfacht sich dadurch, daß $\sigma^2(\sum g_i)$ gleich Null gesetzt wird, da den Schaltgewichten keine Streuung zugeordnet wird. Der Übertragungsfaktor Y_G wird gleich 1 gesetzt. Die Streuung von Einflußgrößen, die sich einer einfachen mathematischen Beschreibung entziehen - da sie von der analytischen Geschicklichkeit, mit der man technische Handgriffe "manipuliert", abhängen - , werden der scheinbaren Masse m_o zugeordnet. $\sigma_e^2(m_o)$ wird deshalb "Manipulationsstreuung" genannt.

$(m_0 + \sum_K a_k \cdot e_k)$ wird gleich G* gesetzt.
So ergibt sich für die Streuung der kleinen Biasfunktion bei einer Gewichtsablesung folgende vereinfachte Gleichung

$$\sigma^2_b(G) = \sigma^2_e(L_G) + \sigma^2_e(L_0) + \sum_K (a^*)^2 \cdot \sigma^2_e(e_K) + \sum_K (e^*_K)^2 \cdot \sigma^2_e(a_K) + (G^*)^2 \cdot \sigma^2(Y_G) \qquad (37)$$

Die vorstehende Gleichung ist auf $G=G_E, G_{LE}, G_A$ bei der Trockenmassebestimmung und auf $G=G_E, G_{LE}, G_{AK}$ und G_{LAK} bei der Fettbestimmung anzuwenden.
Für die folgenden speziellen Berechnungen sei daran erinnert, daß untere und obere Grenzwerte der Streuungen (Gl. 5,6) und untere und obere Nennwerte (Gl. 10-13) in die Rechnungen eingehen.

Die Berechnung der theoretischen Streuung des Trockenmassegehalts im Routinebetrieb
In sämtlichen Berechnungen der Streuung der kleinen Biasfunktion einer Gewichtsablesung tauchen folgende Streuungen auf

$$\sigma^2_e(L_G), \sigma^2_e(L_0) \text{ und } \sigma^2(Y_G)$$

die in alle Gewichtsablesungen mit gleichen Werten eingehen.
Zur Ermittlung von $\sigma^2_e(L_G)$ wurde ein 50g-Gewicht gewogen, die Waage arretiert und entarretiert, wiederum das Gewicht abgelesen und so fort, bis schließlich 11 Gewichtsablesungen vorlagen. Zur Streuungsberechnung mit einer Rechenmaschine[17] wurde Gl. (2) umgeformt in

$$s^2(Z) = \frac{\sum_{i=1}^{n} z_i^2 - \frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n} z_i\right)^2}{n-1} = \frac{SQA}{f} \qquad (38)$$

Aus dem Schätzwert der Streuung werden die benötigten unteren und oberen Grenzwerte der Streuung nach Gl. (5,6) berechnet (Tabelle 1). Die Streuung der Skalenablesung ohne aufgelegtes Gewicht, σ_a^2 (L_0), wurde entsprechend ermittelt (Tabelle 1).

Zur Berechnung der Streuung des Auftriebs gemäß Gl. (36) wurden innerhalb von ca. zwei Monaten je 15 Messungen des Luftdrucks P, der Raumtemperatur ϑ, und der relativen Luftfeuchtigkeit H durchgeführt (Tabelle 2). Für die mittlere Dichte des Wägegutes $\bar{\rho}_w$ wurde 2,5 g/ml (Glas 2,5; Sand 2,3 und Aluminium 2,7) festgelegt. Der Anteil der Dichten von Brät, Trockenbrät, Fett ist im Vergleich zum Hauptanteil der Dichte der Wägebehältnisse vernachlässigbar. Für die Dichte der Schaltgewichte wurde 8,4 g/ml (Messing) eingesetzt.

Der Nennwert der Luftdichte wird nach

$$\rho_L^* = 1{,}2929 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{p^* - 0{,}3783 \cdot 10^{-2} \cdot p_w(\vartheta^*) H^*}{760\,(1 + 0{,}003661 \cdot \vartheta^*)} \quad [g/ml] \qquad (39)$$

errechnet. Darin sind nach Tabelle 2 in Verbindung mit den Tabellen im "Handbook of Chemistry and Physics" [22]

P^* = Nennwert des Luftdrucks = 752,6 Torr

$p_w(\vartheta^*)$ = Sättigungsdampfdruck des Wasserdampfes (bei ϑ^*) = 16,49 Torr

ϑ^* = Nennwert der Lufttemperatur = 18,87 °C

H^* = Nennwert der relativen Luftfeuchtigkeit = 56,2 %

(Die Nennwerte wurden den Mittelwerten der Tabelle 2 gleichgesetzt)

Dann ergibt sich für ρ_L^* = 0,001274 g/ml. In Gl. 36 werden wegen des geringen Einflusses der Luft-

Tabelle 1

Streuungen der Skalenablesung ohne und mit Gewichtsauflage bei einer Substitutionswaage.

Versuchs-nummer	Skalenablesung $L_0 \cdot 10^{+5}$ g	Versuchs-nummer	Skalenablesung L_G g
1	5	1	49,96 898
2	6	2	49,96 909
3	6	3	49,96 909
4	4	4	49,96 908
5	3	5	49,96 904
6	7	6	49,96 908
7	9	7	49,96 906
8	6	8	49,96 912
9	5	9	49,96 911
10	2	10	49,96 898
11	9	11	49,96 905
Summen	62.10^{-5} g		549,65 968 g
SQA	$48,\overline{54}.10^{-10}(g)^2$		$219,\overline{63}.10^{-10}(g)^2$
Mittelwerte	$5,\overline{63}.10^{-5}$ g		49,96 906 $\overline{18}$ g
Streuungen	$4,8\overline{54}.10^{-10}(g)^2$		$21,9\overline{63}.10^{-10}$ $(g)^2$
OGS	$14,92.10^{-10}$ $(g)^2$		$67,4.10^{-10}$ $(g)^2$
UGS	$2,36.10^{-10}$ $(g)^2$		$10,7.10^{-10}$ $(g)^2$
Zahl der Freiheitsgrade	10		10
maximaler 3σ-Bereich	± 0.12 mg		± 0.25 mg

SQA = Summen der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
OGS = obere Grenzwerte der Streuungen
UGS = untere Grenzwerte der Streuungen

Tabelle 2

essungen des Luftdruckes, der relativen Luftfeuchtigkeit
nd der Lufttemperatur im Wägezimmer.

r.	Datum	Luftdruck (Torr)	Luftfeuchtigkeit (%)	Lufttemperatur (°C)
1	3.12.64	754	62	19
2	7.12.64	753	65	19
3	8.12.64	754	59	18
4	9.12.64	754	63	21
5	11.12.64	756	55	21
6	15.12.64	746	58	20
7	16.12.64	750	57	21
8	17.12.64	750	55	20
9	6. 1.65	757	55	18
0	13. 1.65	749	64	20
1	26. 1.65	749	50	16
2	25. 1.65	753	56	19
3	3. 2.65	761	48	18
4	8. 2.65	747	48	16
5	9. 2.65	756	48	17
ummen:		11,289 Torr	843 %	283 °C
QA		233,60 $(Torr)^2$	474,4 $(\%)^2$	39,73 $(°C)^2$
ittelwerte		752,60 Torr	56,2 %	18,85 °C
treuungen		16,6857 $(Torr)^2$	33,8857 $(\%)^2$	2,8381 $(°C)^2$
ahl d.Freih.grade		14	14	14
GS		41,49 $(Torr)^2$	84,26 $(\%)^2$	7,06 $(°C)^2$
GS		8,94 $(Torr)^2$	18,16 $(\%)^2$	1,52 $(°C)^2$
σ-Bereich er oberen Gr.		± 19 Torr	± 28 %	± 8 °C
σ-Bereich er unteren Gr.		± 9 Torr	± 13 %	± 4 °C

Die Parameter sind voneinander unabhängig, da kein
leichgewicht im Wägeraum besteht.

QA = Summen der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
GS = obere Grenzwerte der Streuungen
GS = untere Grenzwerte der Streuungen

feuchte nur die Streuungen der Temperatur und des Druckes berücksichtigt.
Für die Streuung der kleinen Biasfunktion der Gewichtsablesung von Sandschalen ohne Brät wird ferner die Adsorptionsgeschwindigkeit a_{LE} (Tab 3)

$$a_{LE} = \frac{G_{LE}(3\,min) - G_{LE}(1\,min)}{3\,min - 1\,min}$$

sowie ihre Streuung $s^2_{a_{LE}}$ benötigt.

Die allgemeine Form von Gewichtsänderungen pro Zeiteinheit lautet

$$a = \frac{G(t_2) - G(t_1)}{t_2 - t_1} \qquad (40)$$

mit $t_2 > t_1$ und G(t) = Gewichtsablesung im Zeitpunkt t.
Die Wägedauer e_{LE} und ihre Streuung s^2_{LE} bei der Leerwaage findet sich in Tabelle 4 .
Die Wägedauer beginnt bei der Entnahme des Wägegutes aus dem Exsikkator und endet mit der Gewichtsablesung.
Während die unteren und oberen Streuungen in letztgenannten Tabellen angegeben sind, wurden die unteren und oberen Übertragungsfaktoren auf die Gewichtsablesung der Sandschale ohne Brät in Tabelle 5 aufgeführt.
Analog werden für die Streuung der kleinen Biasfunktion der Gewichtsablesung von Sandschalen mit Brät die Tabellen 6 und 4 ("Desorptionsgeschwindigkeit bei der Naßeinwaage" und "Wägezeiten bei der Naßeinwaage") benötigt. Die entsprechenden Übertragungsfaktoren sind in Tabelle 7 zu finden.

Tabelle 3

Die Adsorptionsgeschwindigkeit bei der Wägung leerer Sandschalen

Nr.	G_{LE} (1 min) (g)	G_{LE} (3 min) (g)	$\dot{G}_{LE} \cdot 10^{+4}$ (g/min)
1	70,63 110	70,63 243	+ 6,65
2	70,55 315	70,55 406	+ 4,55
3	70,54 734	70,54 774	+ 2,00
4	70,58 104	70,58 145	+ 2,05
5	70,55 885	70,55 908	+ 1,15
6	70,58 358	70,58 374	+ 0,80
7	70,55 780	70,56 066	+ 14,30
8	70,65 254	70,65 400	+ 7,30
9	70,54 355	70,54 478	+ 6,15
10	70,46 509	70,46 584	+ 3,75
11	70,55 416	70,55 457	+ 2,05
12	70,58 995	70,59 024	+ 1,45

Summen:	846,81 g	$52,20 \cdot 10^{-4}$ g/min
Mittelwerte:	70,57 g	$4,350 \cdot 10^{-4}$ g/min
SQA:		$163,990 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$
Zahl d.Freiheitsgrade:		11
Schätzwert der Streuung:		$14,9081 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$
OGS:		$42,93 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$
UGS:		$7,48 \cdot 10^{-8}$ (g/min)
maximaler 3σ-Bereich:		$\pm$ 1,97 mg/min

SQA = Summen der quadrierten Abweichungen vom Mittel
OGS = oberer Grenzwert der Streuung
UGS = unterer Grenzwert der Streuung

Tabelle 4

Wägezeiten beim Leergut und bei der Maßeinwaage

Leere Sandschalen				Maßeinwaage			
Nr.	Ass.	Datum	Wägezeit (sec)	Nr.	Ass.	Datum	Wägezeit (sec)
1	L	31.1.68	100	1	L	31.1.68	111
2	"	"	62	2	"	"	95
3	"	"	65	3	"	"	68
4	"	"	30	4	"	"	50
5	"	8.2.68	45	5	"	"	210
6	"	"	58	6	"	8.2.68	39
7	"	"	64	7	"	"	51
8	"	"	68	8	"	"	67
9	K	"	70	9	"	"	47
10	"	"	49	10	K	"	67
11	"	"	61	11	"	"	69
12	"	"	61	12	"	"	47
13	"	"	88	13	"	"	81
14	"	"	49	14	"	"	69
15	"	"	50	15	"	"	61
16	"	"	71	16	"	"	65
17	"	"	70	17	"	"	70
				18	"	"	75

Summen:	1 061 sec	1 342 sec
Mittelwert	62,4117 s = 1,0402 min	74,$\bar{3}$ s = 1,2426 min
SQA	4 188,1176 $(sec)^2$	24 588,444 $(sec)^2$
Zahl der Freiheitsgrade:	16	17
Schätzwert d.Streuung:	261,7573$(sec)^2$=0,0727104$(min)^2$	1446,3791$(sec)^2$=0,401772$(min)^2$
OGS	0,16 83 60 $(min)^2$	0,90 34 56 $(min)^2$
UGS	0,04 03 25 $(min)^2$	0,22 62 38 $(min)^2$
max.3σ-Bereich:	± 1,23 min	± 2,85 min

Ass. = Schlüssel für den Namen der Assistentin
SQA = Summen der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
OGS = obere Grenzwerte der Streuung
UGS = untere Grenzwerte der Streuung

Tabelle 5

Übertragungsfaktoren für die Streuung der nicht primären Einflußgrößen auf das Leergewicht der Sandschale G_{LE}

Bezugsgrößen: $G^*_{LE;u} = 70{,}1175\,g$, $G^*_{LE;0} = 70{,}8245\,g$, $\bar{\rho}_w = 2{,}5\ g/ml$, $\rho_G = 8{,}4\ g/ml$, $\rho^*_L = 0{,}001274\ g/ml$, $[T]^* = 292{,}03\,^{\circ}K$, $P^* = 752{,}6\ Torr$, $(e^*_{LE})^2 = (10402 \pm 2{,}12\sqrt{0{,}0727})^2 min^2$, $(a^*_{LE})^2 = (4{,}350 \cdot 10^{-4} \pm 2{,}201\sqrt{4{,}9081 \cdot 10^{-8}})^2 (g/min)^2$

$\left[\left(\frac{1}{\bar{\rho}_w} - \frac{1}{\rho_G}\right) \cdot \frac{\rho^*_L}{[T]^*}\right]^2 = \left[C/[T]^*\right]^2 = 1{,}4884 \cdot 10^{-12}\ (^{\circ}C)^{-2}$ $\left[\left(\frac{1}{\bar{\rho}_w} - \frac{1}{\rho_G}\right) \frac{\rho^*_L}{P^*}\right]^2 = \left[C/P^*\right]^2 = 0{,}2209 \cdot 10^{-12}\ (Torr)^{-2}$

Nicht primäre Einflußgröße	Formel des Übertragungsfaktors	Unterer Übertragungsfaktor	Oberer Übertragungsfaktor
Skalenablesung			
ohne Last L_0	$\ddot{U}^2_{u,0}(G_{LE}, L_0)$	1	1
mit Last L_G	$\ddot{U}^2_{u,0}(G_{LE} \cdot L_G)$	1	1
Auftrieb bei der Wägung			
Lufttemperatur ϑ	$\ddot{U}^2_{u,0}(G_{LE}, \vartheta) = (G_{LE;u,0})^2 \cdot \left[C/[T]^*\right]^2$	$0{,}7318 \cdot 10^{-8}(g/C)^2$	$0{,}7466 \cdot 10^{-8}(g/^{\circ}C)^2$
Luftdruck P	$\ddot{U}^2_{u,0}(G_{LE}, P) = (G_{LE;u,0})^2 \cdot \left[C/P^*\right]^2$	$0{,}1086 \cdot 10^{-8}(g/Torr)^2$	$0{,}1108 \cdot 10^{-8}(g/Torr)^2$
Adsorption bei der Wägung			
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{LE}	$\ddot{U}^2_{u,0}(G_{LE}, a_{LE}) = (e^*_{LE})^2 = (\bar{e}_{LE} \pm t\sqrt{s^2_{e_{LE}}})^2$	$0{,}2196\ min^2$	$2{,}5979\ min^2$
Wägedauer e_{LE}	$\ddot{U}^2_{u,0}(G_{LE}, e_{LE}) = (a^*_{LE})^2 = (\bar{a}_{LE} \pm t\sqrt{s^2_{a_{LE}}})^2$	0	$165{,}0784 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$

t = Studentfaktor (Sicherheit : 95%)

s^2 = Schätzwert der Streuung

Tabelle 6

Die Desorptionsgeschwindigkeit bei der Naßeinwaage.

G_{LE}(2 min) = Gewichtsablesung des Leergutes nach 2 min; $G_E(t)$ = Gewichtsablesung der beschickten Sandschale nach t min; $G_E - G_{LE}$ = Naßeinwaage; $a_E^{(t_3 - t_1)}$ = Desorptionsgeschwindigkeit nach Gleichung (40).

Nr.	G_{LE}(2 min) (g)	G_E(1 min) (g)	G_E(2 min) (g)	G_E(3 min) (g)	$a_E^{(3-1)} \cdot 10^{+3}$ (g/min)	$G_E - G_{LE}$ (g)
1	70,65 501	74,63 476	74,63 324	74,63 224	- 1,260	3,98
2	70,55 659	79,05 191	79,05 034	79,04 887	- 1,520	8,49
3	70,46 624	74,12 565	74,12 476	74,12 355	- 1,050	3,66
4	70,53 918	74,55 464	74,55 382	74,55 282	- 0,910	4,01
5	70,55 474	76,81 104	76,80 971	76,80 845	- 1,295	6,25
6	70,50 018	74,53 206	74,53 049	74,52 976	- 1,150	4,03
7	70,59 923	79,51 235	79,51 096	79,51 045	- 0,950	8,91
8	70,57 384	74,79 541	74,79 397	74,79 344	- 0,985	4,22
9	70,49 721	74,14 394	74,14 253	74,14 208	- 0,930	3,65
10	70,59 011	76,79 699	76,79 548	76,79 490	- 1,045	6,21
Summen:		758,93 g			$11,095 \cdot 10^{-3}$ g/min	53,41 g
Mittelwerte:		75,893 g			$-1,1095 \cdot 10^{-3}$ g/min	5,341 g

SQA (Zahl der Freiheitsgrade: 9) $34,78\,725 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$ $s^2 = 3,86525 \cdot 10^{-8}$

OGS $12,88\,417 \cdot 10^{-8}$ "

UGS $1,82\,898 \cdot 10^{-8}$ "

maximaler 3σ-Bereich $\pm$ 1,08 $(mg/min)^2$

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittel
OGS = oberer Grenzwert der Streuung
UGS = unterer Grenzwert der Streuung

$\overline{a_E^{(2-1)}} = -1,345 \cdot 10^{-3}$ g/min; $\overline{a_E^{(3-2)}} = -0,875 \cdot 10^{-3}$ g/min

Tabelle 7

Übertragungsfaktoren für die Streuung der nicht primären Einflußgrößen auf das Gewicht der Sandschale mit Brät G_E

Bezugsgrößen: $G^*_{E;u} = 74{,}3471\,g$, $G^*_{E,O} = 83{,}5026\,g$, $(e^*_E)^2 = (1{,}2426 \pm 2{,}11\sqrt{0{,}401772})^2\ min^2$, $(a^*_E)^2 = (-11{,}095 \cdot 10^{-4} \pm 2{,}262\sqrt{3{,}86525 \cdot 10^{-8}})^2\ (g/min)^2$ $[°/T]^2$ und $[°/P]^2$ siehe in Tab. 5

Nicht primäre Einflußgröße		Formel des Übertragungsfaktors	Unterer-	Oberer Übertragungsfaktor
Skalenablesung				
ohne Last L_o		$U^2_{u,O}(GE,L_o)$	1	1
mit Last L_G		$U^2_{u,O}(G_E,L_o$		
Auftrieb bei der Wägung				
Lufttemperatur	ϑ	$U^2_{u,\theta}(G_E,\vartheta) = (G_{E;u,O})^2 \cdot [°/T]^2$	$0{,}82227 \cdot 10^{-8}(g/°C)^2$	$1{,}0378 \cdot 10^{-8}(g/°C)^2$
Luftdruck	P	$U^2_{u,o}(G_E,P) = (G_{E;u,o})^2 [°/P]^2$	$0{,}1221 \cdot 10^{-8}(g/Torr)^2$	$0{,}1540 \cdot 10^{-8}(g/Torr)^2$
Desorption bei der Wägung				
Desorptionsgeschwindigkeit	a_E	$U^2_{u,\theta}(G_E,a_E) = (\bar{a}_E \pm t\sqrt{s^2_{eE}})^2$	0	$6{,}6566\ min^2$
Wägedauer	e_E	$U^2_{u,O}(G_E,eg) = (\bar{a}_E \pm t\sqrt{s^2_{aE}})^2$	$44{,}1940 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$241{,}5583 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$

t = Studentfaktor (Sicherheit : 95%)

s^2 = Schätzwert der Streuung

Im gleichen Sinne werden für die Streuung der kleinen Biasfunktion von Trockenauswaagen die Tabellen 8 und 4 ("Adsorptionsgeschwindigkeit bei der Wägung von Sandschalen nach der Trocknung" und "Wägezeiten beim Leergut", letzteres entspricht im Zeitbedarf dem Trockengut)herangezogen. Wägezeiten und Trockendauern stellte der Verfasser durch Beobachtung von technischen Assistentinnen fest. Außerdem geht in diese Streuung der kleinen Biasfunktion die "Manipulationsstreuung" ein.
Zu ihrer Ermittlung wurde das Gewicht von Sandschalen ohne Brät festgestellt. Darauf wurden in die Sandschalen 6 ml 40%iger Alkohol(wss.Äthanol) eingefüllt; nach Rühren mit dem Glasstab, Vortrocknen auf dem Wasserbad, Trocknen im Lufttrockenschrank und Abkühlen im Exsikkator wird wiederum das Gewicht festgestellt. Aus der Differenz wird die"Manipulationsstreuung" (des Verfassers) errechnet(Tabelle "Gewichtsablesungen von Blindversuchen zur Ermittlung der Manipulationsstreuung";Tab.Nr. 9) Durch technische Ungeschicklichkeit(Herausspritzen von Sand, Verschmutzung des Bodens der Aluminiumschalen, Vertauschen von Analysennummern,fehlerhafte Gewichtsablesung und ähnliches kann die Manipulationsstreuung vergrößert werden, d.h., sie ist abhängig von der Manipulation des Untersuchers. Ferner kann in einem hektischen Routinebetrieb nicht mit der bei "weichen Stellen" einer Methode notwendigen Sorgfalt analysiert werden.
Außerdem gehen in die Streuung des Trockengewichts die Trocknungsgeschwindigkeit a_{2A} (Tabelle 10) und die Trockendauer e_{2A} (Tabelle 11) ein. Die Übertragungsfaktoren von den Streuungen der nicht primären Einflußgrößen auf die Streuung des

Tabelle 8

Die Adsorptionsgeschwindigkeit bei der Wägung von Sandschalen nach der Trocknung in Abhängigkeit von der Trocknungsdauer; $a_{1A}^{(t_2 - t_1)}$ = Adsorptionsgeschwindigkeit nach Gleichung (40); $G_A - G_{IE}$ = Trockenauswaage

Trockendauer:		2 h	3 h	4 h	5 h
Nr.	$G_A - G_{IE}$ (g)	$a_{1A}^{(3-1)} \cdot 10^{+3}$ (g/min)	$a_{1A}^{(3-1)} \cdot 10^{+3}$ (g/min)	$a_{1A}^{(3-1)} \cdot 10^{+3}$ (g/min)	$a_{1A}^{(3-1)} \cdot 10^{+3}$ (g/min)
1	1,87	0,990	1,030	0,575	0,880
2	2,94	0,965	0,955	0,755	0,935
3	1,32	0,915	0,730	0,735	1,180
4	1,60	0,850	0,900	1,000	1,105
5	3,23	0,980	0,855	1,100	0,970
6	1,73		0,980		
7	3,70		1,105		
8	1,88		1,190		
9	1,54		1,025		
10	2,64		0,905		

Summe: 22,45 g Gesamtsumme : $23,610 \cdot 10^{-3}$ g/min OGS: $4,04\ 85 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$

Mittel: 2,245 g Mittelwert: $0,9444 \cdot 10^{-3}$ g/min UGS: $1,27\ 54 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$

SQA: $0,50\ 20\ 16 \cdot 10^{-6}$ $(g/min)^2$ maximaler 3σ-Bereich: $\pm$ 0,6 mg/min

Zahl der Freiheitsgrade: 24

Schätzwert der Streuung: $2.09\ 17\overline{3} \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = untere Grenze der Streuung
OGS = obere Grenze der Streuung

Tabelle 9

Gewichtsablesungen von Blindversuchen zur Ermittlung der Manipulationsstreuung $s^2_{m_{OA}}$

Wasserbad			
Nr.	G_1 (vor Beh.) (g)	G_2 (nach Beh.) (g)	$(G_2 - G_1)_{(g)} \cdot 10^{+3}$
1	70,52 858	70,53 081	+ 2,23
2	70,56 484	70,56 560	+ 0,76
3	70,52 800	70,52 654	- 1,46
4	70,54 010	70,53 562	- 4,48
5	70,54 186	70,54 400	+ 2,14
6	70,53 333	70,53 191	- 1,42
7	70,57 988	70,57 960	- 0,38
8	70,50 774	70,50 289	- 4,85
9	70,54 209	70,54 211	+ 0,02
10	70,54 709	70,54 970	+ 2,61

Summen:	$- 4,83 \cdot 10^{-3}$ g
Mittelwerte:	$- 0,483 \cdot 10^{-3}$ g
SQA:	$64,8279 \cdot 10^{-6}(g)^2$
Schätzwert der Streuungen:	$6,48279 \cdot 10^{-6}(g)^2$
Zahl der Freiheitsgrade:	10
OGS:	$19,9470 \cdot 10^{-6}(g)^2$
maximaler 3 σ -Bereich	$\pm$ 13,25 mg

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

UGS = Untere Grenze der Streuung

OGS = Obere Grenze der Streuung

Tabelle 10

Die Trocknungsgeschwindigkeit

Trockenauswaagen in Abhängigkeit von der Trocknungsdauer; Wägezeit: 2 min; $a_{2A}(t_2 - t_1)$ = Trocknungsgeschwindigkeit nach Gleichung (40).

Vers. Nr.	Trockenauswaagen in g nach einer Trockendauer von 2 h	3 h	4 h	5 h	$a_{2A}(5-2).10^{+3}$ (g/h)	$a_{2A}(3-4).10^{+3}$ (g/h)
1	1,87 423	1,87 217	1,87 187	1,87 165	- 0,860	- 0,30
2	2,94 480	2,94 111	2,93 940	2,93 941	- 1,79$\bar{6}$	- 1,71
3	1,32 590	1,32 491	1,32 433	1,32 410	- 0,600	- 0,58
4	1,60 020	1,59 800	1,59 726	1,59 738	- 0,940	- 0,74
5	3,22 998	3,22 776	3,22 760	3,22 782	- 0,720	- 0,16
6		1,73 276	1,73 276			0
7		3,70 401	3,70 329			- 0,72
8		1,87 899	1,87 763			- 1,36
9		1,54 155	1,54 118			- 0,37
10		2,63 811	2,63 633			- 1,78

Gesamtsumme: $- 12,636 \cdot 10^{-3}$ g/h Mittelwert: $- 0,84\,240 \cdot 10^{-3}$ g/h

SQA: $4,68\,26\,52\,92 \cdot 10^{-6}$ $(g/h)^2$ Zahl der Freiheitsgrade: 14

Schätzwert der Streuung: $33,44\,752 \cdot 10^{-8}$ $(g/h)^2$

OGS = $83,17\,32 \cdot 10^{-8}$ $(g/h)^2$; maximaler 3σ-Bereich: $\pm$ 2,7 mg/h

UGS = $17,92\,75 \cdot 10^{-8}$ $(g/h)^2$

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = unterer Grenzwert der Streuung
OGS = oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 11

Beobachtete Trockendauern

Nr.	Datum	Trockendauer (h)
1	29.1.68	3,00
2	29.1.	3,25
3	29.1.	3,50
4	30.1.	3,75
5	31.1.	4,25
6	1.2.	4,25
7	5.2.	2,75
8	6.2.	3,75
9	7.2.	3,50
10	8.2.	3,00

Summe:	35,00 h
Mittelwert:	3,50 h
SQA:	2,3750 $(h)^2$
Schätzwert der Streuung:	0,2638 $(h)^2$
Zahl der Freiheitsgrade:	9
UGS:	0,12 487 $(h)^2$
OGS:	0,87 963 $(h)^2$
maximaler 3σ-Bereich:	± 2,8 h

SQA = Summen der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

UGS = Untere Grenze der Streuung

OGS = Obere Grenze der Streuung

Trockengewichts sind in Tabelle 12 wiedergegeben.

Die Übertragungsfaktoren von den nicht primären Einflußgrößen auf die Gewichtsablesungen sind zu multiplizieren mit den entsprechenden Übertragungsfaktoren von den Gewichtsablesungen auf den Trockenmassegehalt. Die Zahlenwerte von den letzteren Übertragungsfaktoren (Gl. 31) sind aus Tabelle 13 zu ersehen. Das Rechenschema für die Produkte der Übertragungsfaktoren = totale Übertragungsfaktoren findet sich in Tabelle 14 . Die unteren und oberen totalen Übertragungsfaktoren mit den entsprechenden unteren und oberen Grenzstreuungen der nicht primären Einflußgrößen sind zahlenmäßig in Tabelle 15 dargestellt.

Die Streuanteile der nicht primären Einflußgrößen an der theoretischen Gesamtstreuung des Trockenmassegehalts (Ergebnisse der Multiplikation von totalen Übertragungsfaktoren und nicht primären Streuungen) wie auch die prozentualen Anteile an der theoretischen Gesamtstreuung sind in Tabelle 16 wiedergegeben. Die Summe der unteren Streuanteile ergibt den unteren Grenzwert der theoretischen Streuung des Trockenmassegehaltes; entsprechendes gilt für die Summe der oberen Streuanteile.

Die theoretische Streuung des Trockenmassegehaltes liegt nach letzterer Tabelle zwischen (0,0003 ... ...0,0368) $(g/100g)^2$. In Tabelle 16 ist unter diesem Bereich das Streuungsintervall der empirischen Routinebestimmungen mit (0,0786 .... 0,1159) $(g/100g)^2$ aufgeführt. Das theoretische und empirische Intervall der Routine überdecken sich also nicht.

Tabelle 12

Übertragungsfaktoren für die Streuung der nicht primären Einflußgrößen auf das Trockengewicht der Sandschale + Brät G_A

Bezugsgrößen: $G^*_{A,u} = 71{,}5640\,g$, $G^*_{A;O} = 76{,}1427\,g$, $(e^*_{1A})^2 = (1{,}0402 \pm 2{,}12\sqrt{0{,}0727})^2 min^2$
$(a^*_{1A})^2 = (9{,}444 \cdot 10^{-4} \pm 2{,}064\sqrt{2{,}0917 \cdot 10^{-8}})^2 (g/min)^2$, $(e^*_{2A})^2 = (3{,}5 \pm 2{,}262\sqrt{0{,}2639})^2 h^2$
$(a^*_{2A})^2 = (-8{,}424 \cdot 10^{-4} \pm 2{,}145\sqrt{33{,}4475 \cdot 10^{-8}})^2 (g/h)^2$ $[\vartheta/T^*]^2$ und $[\vartheta/P^*]^2$ siehe in Tab. 5

Nicht primäre Einflußgröße		Formel des Übertragungsfaktors	Unterer-	Oberer Übertragungsfaktor
Skalenablesung ohne Last L_O		$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, L_O)$	1	1
mit Last L_G		$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, L_G)$	1	1
Auftrieb bei der Wägung				
Lufttemperatur	ϑ	$\ddot{U}^2_{u,o}(G_A,\vartheta) = (G^*_{A;u,O})^2\,[\vartheta/T^*]^2$	$0{,}7623 \cdot 10^{-8}(g/°C)^2$	$0{,}8629 \cdot 10^{-8}(g/°C)^2$
Luftdruck	P	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A,P) = (G^*_{A;u,O})^2\,[\vartheta/P^*]^2$	$0{,}1131 \cdot 10^{-8}(g/Torr)^2$	$0{,}1281 \cdot 10^{-8}(g/Torr)^2$
Adsorption bei der Wägung				
Adsorptionsgeschwindigkeit	a_{1A}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, a_{1A}) = (e^*_{1A})^2 = (\bar{e}_{1A} \pm t\sqrt{s^2_{e1A}})^2$	$0{,}2196\ min^2$	$2{,}5979\ min^2$
Wägedauer	e_{1A}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, e_{1A}) = (a^*_{1A})^2 = (\bar{a}_{1A} \pm t\sqrt{s^2_{a1A}})^2$	$41{,}7173 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$154{,}4826 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$
Manipulation	m_{OA}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, m_{OA})$	1	1
Trocknungsprozeß				
Trocknungsgeschwindigkeit	a_{2A}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, a_{2A}) = (e^*_{2A})^2 = (\bar{e}_{2A} \pm t\sqrt{s^2_{e2A}})^2$	$5{,}4662\ h^2$	$21{,}7344\ h^2$
Trockendauer	e_{2A}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_A, e_{2A}) = (a^*_{2A})^2 = (\bar{a}_{2A} \pm t\sqrt{s^2_{a2A}})^2$	0	$433{,}8619\ (g/h)^2$

t = Studentfaktor (Sicherheit : 95%)
s^2 = Schätzwert der Streuung

Tabelle 13

Übertragungsfaktoren der primären Einflußgrößen auf den Gehalt an Trockenmasse

Primäre Einflußgröße	Formel des Übertragungsfaktors	Unterer-	Oberer Übertragungsfaktor
Gewicht der Sandschale ohne Brät G_{LE}	$U^2_{u,o}(T,G_{LE}) = \left(\frac{T^*_{o,u} - 100}{\Delta G^*_{E;o,u}}\right)^2$	11,5636 g^{-2}	504,2036 g^{-2}
Gewicht der Sandschale mit Brät G_E	$U^2_{u,o}(T,G_E) = \left(\frac{T^*_{u,o}}{\Delta G^*_{E;o,u}}\right)^2$	3,5099 g^{-2}	298,3453 g^{-2}
Trockengewicht von Sandschale+Brät G_Δ	$U^2_{u,o}(T,G_\Delta) = \left(\frac{100}{\Delta G^*_{E;o,u}}\right)^2$	72,0919 g^{-2}	830,1199 g^{-2}

Größter beobachteter Trockenmasse-Gehalt T^*_o = 59,950 g/100 g
Kleinster beobachteter Trockenmasse-Gehalt T^*_u = 22,065 g/100 g
Größte beobachtete Einwaage $\Delta G_{E;o}$ = 11,7776 g
Kleinste beobachtete Einwaage $\Delta G_{E;u}$ = 3,4708 g

Tabelle 14

Übertragungsfaktoren von den Streuungen der nicht primären Einflußgrößen auf die Streuung des Trockenmasse-Gehalts T

Nicht primäre Einflußgröße	Formel des totalen Übertragungsfaktors (Rechenschema)
Skalenablesung	
ohne Last L_O	$\dot{U}^2(T,L_O)=\dot{U}^2(T,G_A)\cdot\dot{U}^2(G_A,L_O)+\dot{U}^2(T,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,L_O)+\dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},L_O)$
mit Last L_G	$\dot{U}^2(T,L_G)=\dot{U}^2(T,G_A)\cdot\dot{U}^2(G_A,L_G)+\dot{U}^2(T,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,L_G)+\dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},L_G)$
Auftrieb bei der Wägung	
Lufttemperatur ϑ	$\dot{U}^2(T,\vartheta)=\dot{U}^2(T,G_A)\cdot\dot{U}^2(G_A,\vartheta)+\dot{U}^2(T,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,\vartheta)+\dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},\vartheta)$
Luftdruck P	$\dot{U}^2(T,P)=\dot{U}^2(T,G_A)\cdot\dot{U}^2(G_A,P)+\dot{U}^2(T,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,P)+\dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},P)$
Adsorption oder Desorption bei der Wägung	
Adsorptionsgeschwindigkeit bei der Leerwägung a_{LE}	$\dot{U}^2(T,a_{LE})=\dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},a_{LE}) = \dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot(e^*_{LE})^2$
Wägedauer bei der Leerwägung e_{LE}	$\dot{U}^2(T,e_{LE})=\dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},e_{LE}) = \dot{U}^2(T,G_{LE})\cdot(a^*_{LE})^2$
Adsorptionsgeschwindigkeit bei der Auswaage a_{1A}	$\dot{U}^2(T,a_{1A})=\dot{U}^2(T,G_A)\cdot\dot{U}^2(G_A,a_{1A}) = \dot{U}^2(T,G_A)\cdot(e^*_{1A})^2$
Wägedauer bei der Auswaage e_{1A}	$\dot{U}^2(T,e_{1A})=\dot{U}^2(T,G_A)\cdot\dot{U}^2(G_A,e_{1A}) = \dot{U}^2(T,G_A)\cdot(a^*_{1A})^2$

Tab.(Forts.)

Tab.(Forts.) 14

Nicht primäre Einflußgröße	Formel des totalen Übertragungsfaktors (Rechenschema)
Desorptionsgeschwindigkeit bei der Einwaage a_E	$\ddot{U}^2(T,a_E) = \ddot{U}^2(T,G_E) \cdot \ddot{U}^2(G_E,a_E) = \ddot{U}^2(T,G_E) \cdot (e_E^*)^2$
Wägedauer bei der Einwaage e_E	$\ddot{U}^2(T,e_E) = \ddot{U}^2(T,G_E) \cdot \ddot{U}^2(G_E,e_E) = \ddot{U}^2(T,G_E) \cdot (a_E^*)^2$
Manipulation m_{OA}	$\ddot{U}^2(T,m_{OA}) = \ddot{U}^2(T,G_A) \cdot \ddot{U}^2(G_A,m_{OA})$
Trocknungsprozeß	
Trockengeschwindigkeit a_{2A}	$\ddot{U}^2(T,a_{2A}) = \ddot{U}^2(T,G_A) \cdot \ddot{U}^2(G_A,a_{2A}) = \ddot{U}^2(T,G_A) \cdot (e_{2A}^*)^2$
Trockendauer e_{2A}	$\ddot{U}^2(T,e_{2A}) = \ddot{U}^2(T,G_A) \cdot \ddot{U}^2(G_A,e_{2A}) = \ddot{U}^2(T,G_A) \cdot (a_{2A}^*)^2$

$\ddot{U}^2(G,L_O) = 1$
$\ddot{U}^2(G,L_G) = 1$
$\ddot{U}^2(G_A,m_{OA}) = 1$

Tabelle 15

Produkt aus den unteren und oberen totalen Übertragungsfaktoren (auf den Trockenmassegehalt) und den Grenzstreuungen der nicht primären Einflußgrößen

Symbol der nicht primären Einflußgröße	Unterer $\ddot{U}^2_{total}$	Untere Grenzstreuung	Oberer $\ddot{U}^2_{total}$	Obere Grenzstreuung
L_O	$87{,}1654\,g^{-2}$	$2{,}36\cdot10^{-10}\,g^2$	$1632{,}6688\,g^{-2}$	$14{,}92\cdot10^{-10}\,g^2$
L_G	$87{,}1654\,g^{-2}$	$10{,}7\cdot10^{-10}\,g^2$	$1632{,}6688\,g^{-2}$	$67{,}4\cdot10^{-10}\,g^2$
ϑ	$0{,}195020\cdot10^{-6}\,(°C)^{-2}$	$1{,}52\ (°C)^2$	$14{,}023716\cdot10^{-6}\,(°C)^{-2}$	$7{,}06\ (°C)^2$
P	$0{,}098380\cdot10^{-6}\,(Torr)^{-2}$	$8{,}94\ (Torr)^2$	$2{,}081493\cdot10^{-6}\,(Torr)^{-2}$	$41{,}49\ (Torr)^2$
a_{LE}	$2{,}5394\ (min/g)^2$	$7{,}48\cdot10^{-8}\,(g/min)^2$	$1309{,}8705\,(min/g)^2$	$42{,}93\cdot10^{-8}\,(g/min)^2$
e_{LE}	$0\ min^{-2}$	$0{,}040325\ min^2$	$832{,}3312\cdot10^{-6}\,min^{-2}$	$0{,}168360\ min^2$
a_{1A}	$15{,}8314\ (min/g)^2$	$1{,}2754\cdot10^{-8}\,(g/min)^2$	$2156{,}5685\,(min/g)^2$	$4{,}0485\cdot10^{-8}\,(g/min)^2$
e_{1A}	$30{,}074794\cdot10^{-6}\ min^{-2}$	$0{,}040325\ min^2$	$1282{,}390805\cdot10^{-6}\,min^{-2}$	$0{,}168360\ min^2$
a_E	$0\ (min/g)^2$	$1{,}82898\cdot10^{-8}\,(g/min)^2$	$1985{,}9653\,(min/g)^2$	$12{,}88417\cdot10^{-8}\,(g/min)^2$
e_E	$1{,}551165\cdot10^{-6}\,min^{-2}$	$0{,}226238\ min^2$	$720{,}677835\cdot10^{-6}\,min^{-2}$	$0{,}903456\ min^2$
m_{OA}	$72{,}0919\,g^{-2}$	$3{,}1654\cdot10^{-6}\,g^2$	$830{,}1199\,g^{-2}$	$19{,}9470\cdot10^{-6}\,g^2$
a_{2A}	$394{,}0687\ (h/g)^2$	$17{,}9275\cdot10^{-8}\,(g/h)^2$	$18042{,}1580\ (h/g)^2$	$83{,}1732\cdot10^{-8}\,(g/h)^2$
e_{2A}	$0\ h^{-2}$	$0{,}12487\ h^2$	$3601{,}573970\cdot10^{-6}\,h^{-2}$	$0{,}87963\ h^2$

$\ddot{U}^2_{total}$ = Übertragungsfaktor von den Streuungen der nicht primären Einflußgrößen auf die Streuung des Trockenmassegehaltes (Rechenschema: siehe Tabelle 14)

Symbole der nicht primären Einflußgrößen: siehe vorstehende Tabellen

Tabelle 16

Anteile der nicht primären Einflußgrößen an der gesamten theoretischen Streuung des Trockenmasse-Gehalts im Routinebetrieb

Nicht primäre Einflußgrößen	Unterer Anteil $(g/100g)^2 \cdot 10^{+6}$	Prozentualer Anteil an der Gesamtstreuung	Oberer Anteil $(g/100g)^2 \cdot 10^{+6}$	Prozentualer Anteil an der Gesamtstreuung
L_o	0,020571	0,0068	2,435942	0,0066
L_G	0,093267	0,0309	11,004188	0,0299
ϑ	0,296430	0,0981	99,007435	0,2687
P	0,879517	0,2911	86,361145	0,2344
a_{LE}	0,189947	0,0629	562,327406	1,5262
e_{LE}	0,000000	0,0000	140,131280	0,3803
a_{1A}	0,201914	0,0668	87,308676	0,2370
e_{1A}	1,212766	0,4015	215,903316	0,5860
a_E	0,000000	0,0000	255,875145	0,6945
e_E	0,350932	0,1162	651,100714	1,7672
m_{OA}	228,199700	75,5399	16558,401645	44,9417
a_{2A}	70,646666	23,3858	15006,240158	40,7290
e_{2A}	0,000000	0,0000	3168,052511	0,5985
Summe	302,0917	100	36844,1496	100

Untere (UGS_{th}) und obere Grenze (OGS_{th}) der theor. Streuung	0,000302 $(\%)^2(UGS_{th})$	0,036844 $(\%)^2(OGS_{th})$
Untere (UGS_e) und obere Grenze (OGS_e) der empirischen Streuung des Trockenmassegehalts	0,07863 $(\%)^2(UGS_e)$	0,11501 $(\%)^2(OGS_e)$

In dieser empirischen Methodenstreuung sind die Streuungen aus 186 Doppelbestimmungen, 9 Dreifachbestimmungen und 1 Zehnfachbestimmung zusammengefaßt (Tabellen 17,18,19,20). Die Zehnfachbestimmung wurde vom Verfasser im Beginn seiner Methodenuntersuchung erhalten. Nach anderthalbjähriger Einarbeitungszeit wurden von ihm die Streuungen in Tabelle 21 erzielt. Die Streuungen nach Trocknung im Lufttrockenschrank und im Trockenschrank unter Stickstoff sind nach dem F-Test[17] compatibel. Bei diesen Untersuchungen wurden peinlichst die genannten Fehler vermieden, die die Manipulationsstreuung vergrößern. Die so erhaltene Streuung umfaßt den Bereich $(0{,}0034...0{,}0124)(g/100g)^2$ und liegt im Intervall der theoretischen Streuung des Trockenmassegehalts der Routine. Bei der Betrachtung der prozentualen Anteile an der Gesamtstreuung des Trockenmasse-Gehaltes in Tabelle 16 fällt auf, daß in erster Linie die Manipulationsstreuung und in zweiter die Dispersion der Trockengeschwindigkeit stark auf die Gesamtstreuung dieser Methode einwirken. Athmosphärische Effekte und Adsorption oder Desorption haben demgegenüber geringen Einfluß.

Da unwahrscheinlich ist, daß letztere Effekte wesentlich größer sind, als vom Verfasser festgestellt wurde, die Dispersion der Trockengeschwindigkeit sich ohne Modifikation der Routinemethode nicht ändern läßt und weitere relevante Einflußgrößen nicht aufgefallen sind, bleibt nur der Schluß, daß im Routinebetrieb die Manipulationsstreuung wesentlich größer ist als die des Verfassers. Für diesen Schluß spricht, daß die empirische Streuung des Verfassers im Bereich der theoretischen Methodenstreuung der Routine liegt, die mit der Manipulationsstreuung des Verfassers berechnet wurde.

T a b e l l e 17

Die Streuung des Trockenmasse-Gehaltes,
berechnet aus 1 8 6 Doppelbestimmungen

T_{1j} = 1. Bestimmung (%) Trockenmasse
T_{2j} = 2. Bestimmung (%) Trockenmasse
j = Laufende Nummer der Doppelbestimmung

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	T_{1j}	T_{2j}	$\lvert T_{1j}-T_{2j} \rvert$
1	7910	11	1963	39,346	39,197	0,149
2	574	1	1964	41,869	42,567	0,698
3	1503	2	1964	45,721	45,709	0,012
4	1504	2	1964	47,917	47,500	0,418
5	1571	2	1964	45,042	44,557	0,485
6	1756	2	1964	38,243	38,238	0,005
7	1349	2	1964	42,578	43,095	0,517
8	2356	3	1964	47,947	48,015	0,068
9	2298	3	1964	33,947	34,082	0,135
10	2077	3	1964	52,661	52,172	0,489
11	2297	3	1964	49,710	49,356	0,354
12	2374	3	1964	44,669	44,217	0,452
13	2379	3	1964	52,410	52,813	0,403
14	2028	3	1964	45,298	45,815	0,517
15	2380	3	1964	46,717	46,928	0,211
16	2431	3	1964	42,706	42,146	0,560
17	2076	3	1964	42,131	42,401	0,270
18	2576	4	1964	33,116	33,220	0,104
19	3025	4	1964	30,799	30,975	0,176
20	2981	4	1964	46,698	46,370	0,328
21	2980	4	1964	44,198	44,276	0,078
22	2848	4	1964	41,482	41,421	0,061
23	2515	4	1964	41,875	41,059	0,816
24	2663	4	1964	45,866	46,383	0,517
25	2558	4	1964	48,662	48,824	0,162
26	3024	4	1964	48,183	48,071	0,112
27	2573	4	1964	44,256	43,472	0,784
28	3539	5	1964	39,672	39,617	0,055
29	3324	5	1964	49,428	49,245	0,183
30	3452	5	1964	53,992	53,836	0,156
31	3545	5	1964	47,275	47,263	0,012
32	3286	5	1964	38,555	38,689	0,134
33	3543	5	1964	51,758	52,035	0,277
34	3544	5	1964	46,812	46,914	0,102
35	3436	5	1964	48,332	48,731	0,399
36	3456	5	1964	50,876	50,401	0,475
37	3223	5	1964	46,597	46,287	0,310
38	3178	5	1964	37,228	37,590	0,362
39	3891	6	1964	50,016	49,851	0,165
40	4108	6	1964	44,953	45,199	0,246
41	3688	6	1964	30,219	30,686	0,467
42	3678	6	1964	37,337	36,258	1,079
43	3669	6	1964	42,999	43,027	0,028
44	3538	6	1964	42,770	43,180	0,410
45	3637	6	1964	47,773	47,926	0,153
46	3634	6	1964	46,189	46,004	0,185
47	3946	6	1964	47,837	47,898	0,061
48	3734	6	1964	51,308	50,772	0,536
49	3915	6	1964	48,346	48,267	0,079

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	T_{1j}	T_{2j}	$\lvert T_{1j}-T_{2j} \rvert$
50	3968	6	1964	48,419	48,222	0,197
51	3742	6	1964	49,569	49,893	0,324
52	4369	7	1964	42,010	42,018	0,008
53	4474	7	1964	51,266	51,390	0,124
54	4601	7	1964	43,485	43,618	0,133
55	4363	7	1964	43,887	44,025	0,138
56	4362	7	1964	41,968	41,823	0,145
57	5936	10	1964	49,426	49,594	0,168
58	669	1	1965	55,962	55,194	0,768
59	666	1	1965	56,750	56,075	0,675
60	135	1	1965	52,042	52,575	0,533
61	132	1	1965	47,643	47,871	0,228
62	248	1	1965	57,442	57,346	0,096
63	133	1	1965	51,417	51,327	0,090
64	580	1	1965	55,643	55,238	0,405
65	247	1	1965	50,995	50,620	0,375
66	164	1	1965	54,910	55,196	0,286
67	670	1	1965	49,267	48,456	0,811
68	667	1	1965	54,661	54,619	0,042
69	1296	2	1965	49,614	48,963	0,651
70	973	2	1965	48.135	47,774	0,361
71	1355	2	1965	55,597	56,705	1,108
72	1684	3	1965	49,097	49,222	0,125
73	1570	3	1965	36,848	36,971	0,123
74	1569	3	1965	36,126	36,092	0,034
75	1568	3	1965	52,263	52,073	0,190
76	1567	3	1965	49,671	50,177	0,506
77	1683	3	1965	54,837	54,205	0,632
78	1686	3	1965	51,298	51,564	0,266
79	2006	3	1965	51,816	51,747	0,069
80	2013	3	1965	44,950	44,351	0,599
81	1560	3	1965	46,381	46,149	0,232
82	1559	3	1965	48,165	47,771	0,394
83	2645	4	1965	49,472	49,053	0,419
84	2179a	4	1965	52,077	51,319	0,758
85	2179	4	1965	48,580	48,297	0,283
86	2292	4	1965	52,434	51,951	0,483
87	2322	4	1965	46,591	46,974	0,383
88	2356	4	1965	49,246	48,575	0,671
89	2357	4	1965	48,337	47,241	1,096
90	3325	5	1965	52,023	51,540	0,483
91	2877	5	1965	44,524	44,550	0,026
92	2876	5	1965	44,206	44,123	0,083
93	3097	5	1965	51,995	52,256	0,261
94	3202	5	1965	48,624	48,566	0,058
95	2847	5	1965	45,436	45,537	0,101
96	3831	6	1965	46,139	45,722	0,417
97	3886	6	1965	54,267	53,394	0,873
98	3581	6	1965	47,951	47,354	0,597
99	3449	6	1965	51,904	51,818	0,086
100	3450	6	1965	57,208	56,942	0,266
101	3746	6	1965	51,079	51,443	0,364
102	3446	6	1965	53,287	52,767	0,520
103	3437	6	1965	59,521	59,950	0,429
104	3580	6	1965	47,908	47,677	0,231
105	3747	6	1965	45,824	46,473	0,649
106	4685	7	1965	53,500	53,685	0,185
107	4461	7	1965	50,142	49,474	0,668
108	4387	7	1965	46,741	46,542	0,199

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	T_{1j}	T_{2j}	$\lvert T_{1j}-T_{2j}\rvert$
109	4133	7	1965	46,863	46,498	0,365
110	4135	7	1965	52,380	50,991	1,389
111	4458	7	1965	47,979	47,593	0,386
112	4134	7	1965	50,560	49,519	1,041
113	4136	7	1965	46,639	46,729	0,090
114	4137	7	1965	48,632	48,442	0,190
115	4260	7	1965	50,226	50,058	0,168
116	4259	7	1965	48,394	48,181	0,213
117	4129	7	1965	48,729	49,958	1,229
118	3974	7	1965	45,427	44,714	0,713
119	4450	7	1965	49,400	49,107	0,293
120	4465	7	1965	47,819	47,295	0,524
121	4460	7	1965	51,194	51,986	0,792
122	4130	7	1965	47,828	47,233	0,595
123	4914	8	1965	47,544	47,208	0,336
124	4790	8	1965	48,030	48,749	0,719
125	4817	8	1965	48,781	48,759	0,022
126	5700	9	1965	48,468	47,805	0,663
127	5701	9	1965	49,977	50,767	0,790
128	6174	10	1965	50,093	49,664	0,429
129	6151	10	1965	47,373	48,200	0,827
130	5908	10	1965	48,621	48,726	0,105
131	6176	10	1965	48,152	48,685	0,533
132	6530	11	1965	51,338	51,539	0,201
133	6432	11	1965	50,237	49,974	0,263
134	6431	11	1965	49,736	49,960	0,224
135	6789	11	1965	49,217	49,503	0,286
136	6531	11	1965	48,933	48,896	0,037
137	6966	12	1965	53,813	54,005	0,192
138	6965	12	1965	53,356	53,896	0,540
139	927	1	1966	52,809	52,988	0,179
140	926	1	1966	51,412	51,240	0,172
141	1157	1	1966	46,648	46,259	0,389
142	932	1	1966	49,821	49,831	0,010
143	931	1	1966	51.696	51,719	0,023
144	208	1	1966	49,368	49,093	0,275
145	207	1	1966	49,230	48,355	0,875
146	206	1	1966	36,174	36,170	0,004
147	205	1	1966	31,033	30,813	0,220
148	1158	1	1966	47,263	46,903	0,360
149	1159	1	1966	48,355	48,392	0,037
150	1888	2	1966	42,508	42,365	0,143
151	2139	2	1966	50,630	51,048	0,418
152	2140	2	1966	50,911	51,091	0,180
153	1887	2	1966	42,537	42,506	0,031
154	2144	2	1966	48,990	49,012	0,022
155	2145	2	1966	48,595	49,334	0,739
156	1632	2	1966	48,716	48,758	0,042
157	1636	2	1966	28,288	27,832	0,456
158	2122	2	1966	36,304	36,329	0,025
159	3337	3	1966	50,342	50,314	0,028
160	3338	3	1966	50,919	50,706	0,213
161	3533	3	1966	49,997	50,220	0,223
162	3532	3	1966	46,325	46,584	0,259
163	3854	3	1966	40,023	40,116	0,093
164	3462	3	1966	49,691	49,637	0,054
165	3855	3	1966	41,265	41,283	0,018
166	4277	4	1966	46,436	46,575	0,139

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	T_{1j}	T_{2j}	$\lvert T_{1j}-T_{2j}\rvert$
167	4667	4	1966	52,463	51,769	0,694
168	4383	4	1966	54,248	53,961	0,287
169	4384	4	1966	54,930	54,884	0,046
170	5006	4	1966	56,733	56,573	0,160
171	5592	5	1966	48,919	49,229	0,310
172	5709	5	1966	50,274	50,900	0,626
173	5729	5	1966	56,326	56,645	0,319
174	5730	5	1966	56,286	56,454	0,168
175	5572	5	1966	46,621	46,588	0,033
176	5576	5	1966	48,574	48,682	0,108
177	5710	5	1966	50,204	49,950	0,254
178	5575	5	1966	51,489	51,551	0,062
179	6861	6	1966	50,453	50,498	0,045
180	6862	6	1966	49,690	49,297	0,393
181	6884	6	1966	45,651	45,857	0,206
182	6860	6	1966	30,526	30,881	0,355
183	8115	7	1966	55,371	55,009	0,362
184	8117	7	1966	48,989	49,157	0,168
185	8750	8	1966	55,942	55,814	0,128
186	8746	8	1966	48,572	48,532	0,040

$\sum_{j=1}^{186} \lvert T_{1j} - T_{2j} \rvert$ = Summe der Differenzen: 60,726(%)

SQD = Summe der quadrierten Differenzen = $\sum_{j=1}^{186} (T_{1j} - T_{2j})^2$: 33,540556(%)^2

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert = $\frac{SQD}{2}$: 16,770278(%)^2

f = Zahl der Freiheitsgrade : 186

s^2 = Schätzwert der Streuung : 0,09016278(%)^2

s = Schätzwert der Standardabweichung: 0,30027117(%)

$\overline{T_1-T_2}$ = Mittlere Differenz: 0,32648387(%)

σ_o^2 = Obere Grenze der Streuung = $\frac{SQA}{\chi^2_{f=186,\alpha=0.975}}$: 0,1117 (%)^2

σ_u^2 = Untere Grenze der Streuung = $\frac{SQA}{\chi^2_{f=186,\alpha=0.025}}$: 0,0743 (%)^2

Tabelle 18

Die Streuung des Trockenmasse-Gehaltes, berechnet aus 9 Dreifachbestimmungen

Lfd. Nr.	Hauptbuch-Nr.	Monat	Jahr	Trockenmasse-Gehalte g/100 g
1	2494	4	1964	34,597 34,719 34,772
2	2729	4	1964	50,678 51,384 51,016
3	6788	11	1965	50,354 49,136 50,004
4	6787	11	1965	48,753 48,002 49,156
5	7223	12	1965	23,199 23,296 22,848
6	7222	12	1965	22,427 22,086 22,065
7	8116	7	1966	55,879 55,179 55,673
8	8113	7	1966	48,793 48,241 48,696
9	8749	8	1966	55,037 54,813 55,336

1	SQA	0,016106
2	"	0,249368
3	"	0,786483
4	"	0,686042
5	"	0,111105
6	"	0,082589
7	"	0,258824
8	"	0,173713
9	"	0,137702

Vereinigte SQA	2,501931 $(\%)^2$
Zahl der Freiheitsgrade	18
Schätzwert der Streuung	0,138996 $(\%)^2$

Tabelle 19

Zehn besonders sorgfältige Bestimmungen der Trockenmasse an ein und demselben Wurstbrät.

Nr.	Trockenmasse	Abweichung vom Mittelwert
1	47,149	+ 0,4301
2	46,862	+ 0,1431
3	46,359	- 0,3599
4	46,459	- 0,2599
5	46,473	- 0,2459
6	47,096	+ 0,3771
7	46,720	+ 0,0011
8	46,984	+ 0,2651
9	46,367	- 0,3519
10	46,720	+ 0,0011
Summe:	467,189	
Mittel:	46,71890	
SQA:		0,79 93 249 $(\%)^2$
Streuung:		0,08 88 13 88 $(\%)^2$
Zahl der Freiheitsgrade:		9

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittel.

Tabelle 20

Zusammenfassung der Streuungen des Trockenmasse-Gehalts (siehe Tabellen 17, 18, 19)

Art der Bestimmung	Zahl der Freiheitsgrade	SQA $(g/100\ g)^2$	s^2 $(g/100\ g)^2$	
Doppel	186	16,7702780	0,090163	
Dreifach	18	2,5019307	0,138996	
Zehnfach	9	0,7993249	0,088814	
	213	20,0715336	0,094233	Gesamt-streuung
OGS $(g/100\ g)^2$			0,11501	
Maximaler 3σ - Bereich (g/100 g)			± 1,017	
USG $(g/100\ g)^2$			0,07863	
Minimaler 3σ- Bereich (g/100 g)			± 0,841	

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
s^2 = Schätzwert der Streuung
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

Tabelle 21

Mehrfachbestimmungen der Trockenmasse von zwei verschiedenen Brühwurstbräten

Vortrocknung auf der Heizplatte, Trocknung in Luft und unter Stickstoff bei 103°C

Luft		Stickstoff	
Nr.	**Trockenmasse (g/100 g)**	**Nr.**	**Trockenmasse (g/100 g)**
1	46,684	1	45,580
2	46,828	2	45,450
3	46,708	3	45,542
4	46,824	4	45,435
5	46,879	5	45,603
6	46,890	6	45,593
7	46,870	7	45,511
8	46,916	8	45,577
9	46,694	9	45,517
10	46,822	10	45,437
11	46,732		
Summen:	514,847		455,245 g/100 g
Mittelwerte:	46,804 $\overline{27}$		45,5245 g/100 g
SQA:	0,072 12 01 $\overline{81}$		0,038 45 25 (g/100 g
Zahl der Freiheitsgrade:	10		9
Schätzwert der Streuungen:	0,0072 12 01 $\overline{81}$		0,00 42 725 (g/100 g

Gesamte SQA:	0,11 05 72 68 $\overline{18}$	$(g/100\ g)^2$
Zahl der Freiheitsgrade:	19	
Schätzwert der Streuung:	0,00 58 19 632	$(g/100\ g)^2$
OGS:	0,012 41	"
UGS:	0,003 3 66	"

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = untere Grenze der Streuung
OGS = obere Grenze der Streuung

Die Berechnung der theoretischen Streuung des Trockenmassegehalts mit den Bezugsgrößen des Verfassers

Die von der Routinebestimmung abweichenden Bezugsgrößen bei 21 Bestimmungen des Verfassers sind in Tabelle 21 wiedergegeben. Die Intervalle der Nennwerte sind hier kleiner als in der Routine. Da bestimmte Wägezeiten und Trockendauern eingehalten wurden, entfallen die entsprechenden Zeitstreuungen. Die Berechnung der gesamten theoretischen Streuung des Trockenmasse-Gehaltes bei Durchführung durch den Verfasser erfolgt in gleicher Weise wie bei der theoretischen Methodenstreuung für die Routine, jedoch unter Berücksichtigung der in Tabelle 22 wiedergegebenen Bezugsgrößen.

In Tabelle 23 sind die Streuanteile der nicht primären Einflußgrößen an der gesamten theoretischen Methodenstreuung des Verfassers aufgeführt. Die Summen der Streuanteile ergeben das Streuintervall (0,0006 ...0,0161) $(g/100g)^2$, das den empirischen Streubereich des Verfassers (0,0034... 0,0124)$(g/100g)^2$ enger umschließt als das Intervall der theoretischen Routinestreuung (0,0003...0,0368) $(g/100g)^2$ (s.Tabelle 16). Wenn man die Fehlermöglichkeiten an der "weichen Stelle" der Methode ("Manipulation") beachtet, gelangt man zur Deckung des theoretischen und empirischen Streuintervalls einer Methode; insofern kann die Methode der Trockenmassebestimmung als fehlerdicht bezeichnet werden. Dagegen ist diese Methode im Routinebetrieb nicht fehlerdicht.

Werden bestimmte Einwaagen, Gewichte der Wägebehältnisse und relevante Operationszeiten eingehalten, dann gelangt man zur Verkleinerung des Streubereichs einer Methode.

Tabelle 22

Gegenüber der Trockenmassebestimmung im Routinebetrieb geänderte Bezugsgrößen bei 21 Bestimmungen des Verfassers (Bezugsgrößen zu Tabelle 23)

Trockenmassegehalt	T:	$T^*_u = 45{,}435\%$, $T^*_o = 46{,}916\%$
Leergewicht	G_{LE}:	$G^*_{LE;u} = 70{,}48547\,g$, $G^*_{LE;o} = 70{,}65578\,g$
Naßgewicht	G_E:	$G^*_{E;u} = 75{,}13900\,g$, $G^*_{E;o} = 79{,}54561\,g$
Trockengewicht	G_A:	$G^*_{A;u} = 72{,}63161\,g$, $G^*_{A;o} = 74{,}64225\,g$
Einwaage	ΔG_E:	$\Delta G^*_{E;u} = 4{,}60751\,g$, $\Delta G^*_{E;o} = 9{,}00245\,g$
Wägedauer	:	$e^*_{LE;u,o} = e^*_{E;u,o} = e^*_{1A;u,o} = 2$ min
Streuung der Wägedauer	:	$\sigma^2_{e_{LE,E,1A;u,o}} = 0$
Trockendauer	e_{2A}:	$e^*_{2A;u} = 3$ h, $e^*_{2A;o} = 4$ h
(In Tabelle 21	:	Lufttrocknung innerhalb von 3 h, Trocknung unter N_2 innerhalb von 4 h)
Streuung der Trockendauer	:	$\sigma^2_{e_{2A;u,o}} = 0$

Tabelle 23

Anteile der nicht primären Einflußgrößen an der gesamten theoretischen Streuung des Trockenmassegehalts bei 2 1 sorgfältigen Bestimmungen des Verfassers

Symbole der nicht primären Einflußgrößen: siehe vorstehende Tabellen

Nicht primäre Einflußgrößen	Unterer Streuanteil $(g/100g)^2 \cdot 10^{+6}$	Prozentualer Anteil an der Gesamtstreuung	Oberer Streuanteil $(g/100g)^2 \cdot 10^{+6}$	Prozentual. Ant. a.d.Gesamtstreuung
L_o	0,0437	0,007	1,0582	0,007
L_G	0,1983	0,032	4,7804	0,030
ϑ	2,2084	0,360	41,4497	0,257
P	1,9272	0,314	36,1588	0,224
a_{LE}	10,9242	1,782	240,8334	1,494
e_{LE}	0	0	0	0
a_{1A}	6,2948	1,027	76,2819	0,473
e_{1A}	0	0	0	0
a_E	1,8635	0,304	50,4860	0,313
e_E	0	0	0	0
m_{OA}	390,5774	63,703	9396,0443	58,304
a_{2A}	199,0860	32,471	6268,6044	38,898
e_{2A}	0	0	0	0
Summe	613,1235	100	16115,6971	100

Untere und obere Grenze der theoretischen Streuung	: 0,000613 $(\%)^2$	0,016116 $(\%)^2$
Untere und obere Grenze der Streuung nach Tabelle 21	: 0,003366 $(\%)^2$	0,01241 $(\%)^2$
UGS_{th} und OGS_{th} nach Tabelle 16	: 0,000302 $(\%)^2$	0,036844 $(\%)^2$

Ebenfalls eine Verkleinerung des Streubereichs und der Streuung überhaupt muß sich ergeben, wenn die Hauptstreuursachen durch Modifikation der Methode (zB. Aluminiumschalen mit höherem Rand. saubere Heizunterlagen, Vakuumtrockenschrank) vermindert werden.
Die Methode ließe sich dadurch vermutlich auch im Routinebetrieb fehlerdicht gestalten; ihre Reproduzierbarkeit würde verbessert werden.

Die Berechnung der theoretischen Streuung des Extraktionsfett-Gehaltes (Soxhletapparatur, Methylenchlorid) im Routinebetrieb

Bei dieser Methode sind die Streuungen der kleinen Biasfunktionen für die Gewichte der Sandschale mit und ohne Brät die gleichen wie bei der Trockenmassebestimmung, da der Methylenchloridextrakt aus den Trockenrückständen gewonnen wird. Ebenso gehen hier die gleichen Streuungen des Auftriebsterms bei der Wägung in die Rechnung ein.
Die Streuungen der Skalenablesungen wurden für die Fettkolben an einer anderen Waage (ablesbar auf vier Stellen nach dem Komma) ermittelt. Sie sind nach dem F-Test[23] für Skalenablesungen mit und ohne Last gleich (Tabelle 24).
Es verbleiben noch die Streuungen der kleinen Biasfunktionen der Gewichte des Leerkolbens G_{LAK} und des Fettkolbens G_{AK} .
Die Wägedauer e_{LAK} und die Desorptionsgeschwindigkeit a_{LAK} nebst Streuungen bei Leerkolben sind den Tabellen 25 und 26 ("Wägezeit e_{LAK} für Leerkolben" und "Die Gewichte von leeren Kolben in Abhängigkeit von der Wägezeit") zu entnehmen.
Bezugsgrößen, Berechnungsformeln und Zahlenwerte

der Übertragungsfaktoren von den nicht primären Einflußgrößen auf das Gewicht des Leerkolbens sind in Tabelle 27 zusammengestellt.

In die Streuung der kleinen Biasfunktion des Fettkolbens gehen ferner die Adsorptionsgeschwindigkeit a_{AK} und die Wägezeit e_{AK} (Tabellen 28 und 29) ein.

Die Manipulationsstreuung $s^2_{m_{OAK}}$ wurde folgendermaßen bestimmt:

1) Blindextraktion: Mehrfach benutzte, extrahierte Papphülsen samt geglühtem Seesand, Glasstab und Watte wurden 6 Stunden lang mit Methylenchlorid extrahiert. Nach Trocknung verblieb ein noch sichtbarer Harzfilm von ca. 7mg mit einer Streuung von ca. 13 mg^2 (Tabelle 30).
2) Leerextraktion: In unbeschickten Soxhletapparaturen (ohne Papphülsen) wurde Methylenchlorid 10 Stunden lang gekocht. Nach Trocknung verblieb ein Rückstand von ca. 8 mg mit einer Streuung von ca. 5 mg^2 (Tabelle 30).
3) Restextraktion: Nach 6 bis 10 stündiger Vorextraktion des Trockenrückstandes wurde 6 Stunden nachextrahiert. Nach Trocknung verblieb ein Rückstand von ca. 9 mg mit einer Streuung von ca. 6 mg (Tabelle 31).

Nach dem Bartlett-Test[17] sind die Streuungen (bei vergleichbaren Mittelwerten gemäß dem Ergebnis der einfachen Varianzanalyse[17]) von Blind-, Leer- und Restextraktion vergleichbar und werden in Tabelle 32 zur Gesamt-Manipulationsstreuung zusammengefaßt(Die Restextraktion nach einstündiger Vorextraktion ergab einen mittleren Rückstand von 23 mg; dieser Mittelwert war nach dem Duncan-Test[17] nicht mit den übrigen, kleineren Mittelwerten verträglich).

Tabelle 24

Schwankungen der Skalenablesungen mit und ohne Last

Nr.	L_g (g)	L_o (g)
1	49.9990	0.0006
2	49.9989	0.0005
3	49.9990	0.0006
4	49.9989	0.0007
5	49.9990	0.0006
6	49.9991	0.0007
7	49.9991	0.0006
8	49.9991	0.0007
9	49.9992	0.0007
10	49.9992	0.0008
11	49.9993	0.0007

Summen	549.9898 g	72.0
SQA	$16.1818 \cdot 10^{-8}$ $(g)^2$	$6.7273 \cdot 10^{-8}$ $(g)^2$
Mittelwerte	49.999 0727 g	$6.\overline{54}$ g
Zahl der Freiheitsgrade	10	10
Schätzwerte d. Streuungen	$1.61818 \cdot 10^{-8}$ $(g)^2$	$0.67273 \cdot 10^{-8}$ $(g)^2$
Schätzwert d. vereinigten Streuungen	$1.14\,546 \cdot 10^{-8}$ $(g)^2$	
UGS:	$1.3409 \cdot 10^{-8}$ g^2	3σ-Bereich: $\pm 3.47 \cdot 10^{-4}$ g
OGS:	$4.7777 \cdot 10^{-8}$ g^2	3σ-Bereich: $\pm 6.56 \cdot 10^{-4}$ g

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

UGS = untere Grenze der Streuung
OGS = obere Grenze der Streuung
} berechnet aus dem Schätzwert der vereinigten Streuungen

Tabelle 25

Wägezeit(e_{LAK}) für Leerkolben

Nr.	e_{LAK}(sec)	Nr.	e_{LAK}(sec)	Nr.	e_{LAK}(sec)
1	1 45	14	39	27	36
2	65	15	39	28	59
3	52	16	64	29	61
4	45	17	68	30	61
5	60	18	68	31	57
6	62	19	37	32	46
7	37	20	66	33	44
8	31	21	36	34	49
9	32	22	34	35	51
10	36	23	59	36	59
11	49	24	56	37	68
12	59	25	54	38	64
13	63	26	64	39	44

Summe		2019 sec
Mittelwert	51,769 sec	0,86282 min
Quadr.Mittelwert		0,74446 min^2
SQA	5252,923 sec^2	
Zahl der Freiheitsgrade	38	
Schätzwert der Streuung	138,23 sec^2	0,038399 min^2
UGS (und 3σ -Bereich)	0,025644 min^2($\pm$ 0,48 min)	
OGS (und 3σ -Bereich)	0,063775 min^2($\pm$ 0,76 min)	

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 26

Die Gewichte von leeren Kolben in Abhängigkeit von der Wägezeit

Kolbennr.	G_{LAK} (1 min)	(2 min)	$a_{LAK} \cdot 10^4$ g/min
50	101,7780	101,7780	0
27	91,1657	91,1655	-2
54	107,9763	107,9762	-1
17	82,9034	82,9033	-1
89	92,7005	92,7004	-1
9	105,6756	105,6755	-1
105	100,9219	100,9219	0
141	107,6418	107,6418	0
147	105,5658	105,5657	-1
3	90,5411	99,5410	-1
a	105,5926	105,5924	-2
b	88,2537	88,2537	0
Summe	1180,7164 g		$-10 \cdot 10^{-4}$ g/min
Mittelwert	98,393 g		$-0,83 \cdot 10^{-4}$ g/min
Quadr.Mittel	9681,1824 g^2		$0,694 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$
SQA			$5,6 \cdot 10^{-8}$ $(g/min)^2$
Zahl der Freiheitsgrade	11		
Schätzwert der Streuung			$0,515157 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$
UGS (und 3σ -Bereich)		$0,25852 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$(\pm 1,5 \cdot 10^{-4}$ g/min
OGS (und 3σ -Bereich)		$1,48342 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$(\pm 3,7 \cdot 10^{-4}$ g/min

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 27

Übertragungsfaktoren der nicht primären Einflußgrößen auf das Gewicht des Leerkolbens G_{LAK}

Bezugsgrößen: $\left[\left(\frac{1}{\rho_w} - \frac{1}{\rho_G}\right)\cdot\frac{\rho_L^*}{T^*}\right]^2\left[C/T^*\right]^2 = 1{,}4884 \cdot 10^{-12}(°C)^{-2}$, $\left[\left(\frac{1}{\rho_w} - \frac{1}{\rho_G}\right)\frac{\rho_L^*}{P^*}\right]^2\left[C/P^*\right]^2 = 0{,}22o9.10^{-12}(\text{Torr})^{-2}$,

$G^*_{LAK;u} = 65{,}9389g$, $G^*_{LAK;O} = 110{,}8123g$, $\bar{e}^2_{LAK} = (0{,}86282 \pm 2{,}024\sqrt{0{,}038399})^2 min^2$,

$\bar{a}^2_{LAK} = (-0{,}8\bar{3}\cdot 10^{-4} \pm 2{,}201\sqrt{0{,}51515\cdot 10^{-8}})^2 (g/min)^2$

Nicht primäre Einflußgröße	Formel des Übertragungsfaktors	Unterer Übertragungsfaktor	Oberer Übertragungsfaktor
Skalenablesung			
ohne Last L_O	$\ddot{U}^2(G_{LAK}, L_O)$	1	1
mit Last L_G	$\ddot{U}^2(G_{LAK}, L_G)$	1	1
Auftrieb bei der Wägung			
Lufttemperatur ϑ	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_{LAK},\vartheta) = (G_{LAK;u,O})^2 \cdot \left[C/T^*\right]^2$	$0{,}64715 \cdot 10^{-8}$	$1{,}82766 \cdot 10^{-8}(°C)^{-2}g^2$
Luftdruck P	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_{LAK},P) = (G_{LAK;u,O})^2 \cdot \left[C/P^*\right]^2$	$0{,}09605 \cdot 10^{-8}$	$0{,}27125 \cdot 10^{-8}(\text{Torr})^{-2}.g^2$
Desorption bei der Wägung			
Desorptionsgeschwindigkeit a_{LAK}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_{LAK}, a_{LAK}) = (\bar{e}_{LAK} \pm t\sqrt{s^2_{e_{LAK}}})^2$	0,21735	$1{,}58618\ min^2$
Wägezeit e_{LAK}	$\ddot{U}^2_{u,O}(G_{LAK}, e_{LAK}) = (\bar{a}_{LAK} \pm t\sqrt{s^2_{a_{LAK}}})^2$	$4{,}734305 \cdot 10^{-8}$	$95{,}76654 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$

t_2= Studentfaktor (Sicherheit : 95%)
s^2= Schätzwert der Streuung

Tabelle 28

Adsorptionsgeschwindigkeit von Fettkolben (a_{1AK}) auf der Waage

Lfd. Nr.	Kolben-Nr.	G_{AK}(1min) 3.5 h Trockendauer	G_{AK}(3min) 3.5 h Trockendauer	$G_{AK}/2 \cdot 10^4$ g/min	G_{AK}(1min) 4,5 h Trockendauer	G_{AK}(3min) 4,5 h Trockendauer	$G_{AK}/2 \cdot 10^4$ g/min	G_{AK}(1min) 5,5 h Trockendauer	G_{AK}(3min) 5,5 h Trockendauer	$G_{AK}/2 \cdot 10^4$ g/min
1	50	103,5711	103,5711	0	103,5615	103,5617	+ 1	103,5545	103,5547	+ 1
2	27	93,2921	93,2919	- 1	93,2701	93,2703	+ 1	93,2676	93,2679	+ 1,5
3	54	109,6069	109,6067	- 1	109,5929	109,5929	0	109,5842	109,5844	+ 1
4	17	84,2039	84,2038	- 0,5	84,2007	84,2005	- 1	84,1950	84,1951	+ 0,5
5	89	94,3707	94,3705	- 1	94,3685	94,3683	- 1	94,3583	94,3584	+ 0,5
6	9	108,0105	108,0104	- 0,5	107,9775	107,9775	0	107,9730	107,9731	+ 0,5
7	105	102,6162	102,6160	- 1	102,5943	102,5945	+ 1	102,5908	102,5909	+ 0,5
8	141	109,6300	109,6298	- 1	109,6003	109,6004	+ 0,5	109,5951	109,5953	+ 1
9	147	107,1203	107,1204	+ 0,5	107,0935	107,0937	+ 1	107,0915	107,0917	+ 1
10	3	92,9576	92,9574	- 1	92,9100	92,9100	0	92,9054	92,9057	+ 1,5
Summe				- 6,5			+ 2,5			+ 9,0
Mittelwert				- 0,65			+ 0,25			+ 0,9
SQA	$\cdot 10^8$(g/min)^2			2,252			5,625			1,400
Schätzwert der Streuung	$\cdot 10^8$(g/min)^2			0,28056			0,62500			0,15556
Vereinigte Streuung	$\cdot 10^8$(g/min)^2						0,3537			
UGS	$\cdot 10^8$(g/min)^2						0,2211			
OGS	$\cdot 10^8$(g/min)^2						0,6550			

Mittlere Adsorptionsgeschwindigkeit nach 4,5 u. 5,5 h Trockendauer $= \sqrt{\frac{0,25^2 + 0,9^2}{2}} \cdot 10^{-4} = a_{1AK} = 0,660492 \cdot 10^{-4}$ (g/min)

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung ($\alpha = 0.025$)
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung ($\alpha = 0.975$)

Tabelle 29

Wägezeit (e_{AK}) für Fettkolben

Nr.	Assistentin	e_{AK} (sec)
1	I	65
2	"	44
3	"	83
4	"	69
5	"	99
6	"	72
7	"	57
8	"	58
9	"	76
10	"	46
11	II	81
12	"	46
13	"	104
14	"	49
15	"	79
16	"	52
17	"	53
18	"	59
Summe		1192 sec

Mittelwert 66,222 sec = 1,1037 min

SQA 5493,1112 sec^2

Zahl der Freiheitsgrade 17

Schätzwert der Streuung 323,124188 sec^2 = 0,0897567 min^2

UGS 0,05054 min^2

OGS 0,20183 min^2

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 30

Rückstand nach Blindextraktion und nach Leerextraktion.

Blindextraktion: Sechsstündige Extraktion mehrmals benutzter, extrahierter Papphülsen samt Sand, Glasstab und Watte mit Methylenchlorid

Leerextraktion: Zehnstündiges Kochen von Methylenchlorid am Rückfluß in unbeschickter Soxhletapparatur

Versuchsnummer	Blindextraktion: Rückstand in g	Leerextraktion: Rückstand in g
1	0,0077	0,0066
2	0,0157	0,0075
3	0,0049	0,0100
4	0,0058	0,0069
5	0,0089	0,0068
6	0,0043	0,0086
7	0,0098	0,0033
8	0,0036	0,0069
9	0,0080	0,0101
10	0,0050	0,0108
Summe	0,0737 g	0,0775 g
Mittelwert	7,37 mg	7,75 mg
SQ	$65913 \cdot 10^{-8}$ g^2	$64477 \cdot 10^{-8}$ g^2
SQA	$11596{,}1 \cdot 10^{-8}$ g^2	$4414{,}5 \cdot 10^{-8}$ g^2
Zahl der Freiheitsgrade	9	9
Schätzwert der Streuung	$1288{,}45 \cdot 10^{-8}$ g^2	$490{,}5 \cdot 10^{-8}$ g^2

SQ = Summe der quadrierten Einzelwerte

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

T a b e l l e 31

Restextrakte nach Vorextraktionen

Vorextraktion: Extraktionsdauer	1 h		6 h
Restextraktion: Extraktionsdauer	6 h		6 h
Trockendauer	5 1/2 h		5 1/2 h
Kolbennummer	Restextrakt (g)	Kolbennummer	Restextrakt (g)
57	0,0233	54	0,0028
95	0,0218	11	0,0071
93	0,0198	4	0,0043
36	0,0227	51	0,0089
85	0,0276	7	0,0086
37	0,0225	65	0,0063
Summe	0,1377 g		0,0380 g
Mittelwert	0,02295 g		0,00633 g
SQ	$31,9347 \cdot 10^{-4}$ g^2		$2,696 \cdot 10^{-4}$ g^2
SQA	$3325,5 \cdot 10^{-8}$ g^2		$2893,\overline{3} \cdot 10^{-8}$ g^2
Zahl der Freiheitsgrade	5		5
Schätzwert der Streuung	$665,1 \cdot 10^{-8}$ g^2		$578,\overline{6} \cdot 10^{-8}$ g^2

Vorextraktion: Extraktionsdauer	9 h		10 h
Restextraktion: Extraktionsdauer	6 h		6 h
Trockendauer	5 1/2 h		5 1/2 h
Kolbennummer	Restextrakt (g)	Kolbennummer	Restextrakt (g)
52	0,0100	36	0,0128
148	0,0099	129	0,0104
12	0,0052	14	0,0114
43	0,0064	133	0,0084
107	0,0088	48	0,0066
131	0,0115	94	0,0061
Summe	0,0518 g		0,0557 g
Mittelwert	0,00863 g		0,009283 g
SQ	$4,757 \cdot 10^{-4}$ g^2		$5,5329 \cdot 10^{-4}$ g^2
Zahl der Freiheitsgrade	5		5
Schätzwert der Streuung	$569,8\overline{6} \cdot 10^{-8}$ g^2		$724,1\overline{6} \cdot 10^{-8}$ g^2

SQ = Summe der quadr. Einzelwerte
SQA = Summe der quadr. Abweichungen vom Mittelwert

Tabelle 32

Gesamtmanipulationsstreuung für Rest-, Blind- und Leerextraktionen

Extraktionsart	Summe der Einzelwerte x $10^{+4}g$	Mittelwerte x $10^{+4}g$	Summe der quadr. Einzelwerte x $10^{+8}g^2$
Sechsfachbestimmungen:			
1) 6stündige Restextraktion nach 6stündiger Vorextraktion	380	$63,\bar{3}$	26960
2) 6stündige Restextraktion nach 9stündiger Vorextraktion	518	$86,\bar{3}$	47570
3) 6stündige Restextraktion nach 10stündiger Vorextraktion	557	$92,8\bar{3}$	55329
Zehnfachbestimmungen:			
4) 6stündige Blindextraktion	737	73,7	65913
5) 10stündige Leerextraktion	775	77,5	64477
Summen	2967	78,0789 (Mittel)	260249

SQA vom Gesamtmittel x $10^{+8}g^2$: 28588,76316

Gesamtstreuung bei

37 Freiheitsgraden x $10^{+8}g^2$: 772,66927

UGS x $10^{+8}g^2$: 513,53979

OGS x $10^{+8}g^2$: 1293,02398

SQA = Summe der quadr. Abweichungen

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Da das Methylenchlorid durch Destillation zurückgewonnen wird, handelt es sich bei dem geringen Rückstand (entsprechend ca.0,1% Fett) vermutlich um Polymerisate aus Zersetzungsprodukten des CH_2Cl_2. Für unsere Untersuchungen ist die Tatsache, daß ein Rückstand dieser Art, also ein von Null verschiedener Bias auftritt, ohne Interesse, da die Streuungen unabhängig vom Absolutbetrage des Bias sind.

Die Ergebnisse der Restextraktion besagen, daß zwischen 6 und 10 Stunden Extraktionsdauer die Extraktionsgeschwindigkeit keinen relevanten Einfluß hat. Dementsprechend sind die durch Erstextraktion nach 6,9 oder 10 Stunden Extraktionsdauer gewonnen Fettgehalte einer Probe nach dem Ergebnis der einfachen Varianzanalyse[19] gleich (Tabelle 33).

Beim Trocknungsprozeß haben Einfluß die Trocknungsdauer e_{2AK} (Tabelle 34) und die Trocknungsgeschwindigkeit a_{2AK} (Tabelle 35). Die Bezugsgrößen, Berechnungsformeln und Zahlenwerte der Übertragungsfaktoren von den nicht primären Einflußgrößen auf das Gewicht des Fettkolbens sind in Tabelle 36 angegeben. Die gemäß Gl. (32) gebildeten Übertragungsfaktoren von den primären Einflußgrößen auf den Fettgehalt sind zahlenmäßig in Tabelle 37 wiedergegeben. Nach dem Schema in Tabelle 38 werden die totalen Übertragungsfaktoren berechnet. Die entsprechenden unteren und oberen Grenzstreuungen zu den unteren und oberen totalen Übertragungsfaktoren sind in Tabelle 39 eingetragen.

In Tabelle 40 finden sich die Streuanteile an der theoretischen Gesamtstreuung des Extraktionsfettgehaltes. Die Summen ergeben ein Streuintervall von (0,0046 ... 0,4667) $(g/100g)^2$. Der Streubereich der empirischen Methodenstreuung liegt zwischen (0,1284 ...0,1932)$(g/100g)^2$, wird also vom theoretischen Intervall eingeschlossen.

T a b e l l e 33

Der Extraktionsfettgehalt in Abhängigkeit von der Extraktionsdauer bei Extraktion ("Vorextraktion") des gleichen Bräts

Extraktionsdauer	1 h		6 h
Trockendauer	5 1/2 h		5 1/2 h
Kolbennummer	Extraktionsfett-gehalt (%)	Kolbennummer	Extraktionsfett-gehalt (%)
57	33,815	54	34,653
95	33,536	11	34,202
93	33,705	4	34,553
36	33,902	51	33,881
85	34,002	7	34,291
37	34,223	65	34,184
Summe	203,183 %		205,764 %
Mittelwert	33,86383 %		34,294 %
SQ	6880,839883 $(\%)^2$		7056,85772 $(\%)^2$
SQA	0,28463484 $(\%)^2$		0,387104 $(\%)^2$
Zahl der Freiheitsgrade	5		5
Schätzwert der Streuung	0,05692696 $(\%)^2$		0,07742080 (%)

Extraktionsdauer	9 h		10 h
Trockendauer	5 1/2 h		5 1/2 h
Kolbennummer	Extraktionsfett-gehalt (%)	Kolbennummer	Extraktionsfett-gehalt (%)
52	34,618	36	33,864
148	34,625	129	34,775
12	34,158	14	34,341
43	34,523	133	34,173
107	34,135	48	34,737
131	34,379	94	34,219
Summe	206,078 %		206,109 %
Mittelwert	34,3463 %		34,3515 %
SQ	7078,216508 $(\%)^2$		7080,768461 $(\%)^2$
SQA	0,19282734 $(\%)^2$		0,6151475 $(\%)^2$
Zahl der Freiheitsgrade	5		5
Schätzwert der Streuung	0,03856546 $(\%)^2$		0,1230295 $(\%)^2$

SQ = Summe der quadr. Einzelwerte
SQA = Summe der quadr. Abweichungen vom Mittelwert

T a b e l l e 34

Dauer (h) der Soxhletextraktion (mit Methylenchlorid) und der Fett-Trocknung (bei 103°C)

Nr.	Datum	Extraktionsdauer	Datum	Trockendauer
1	2.2.68	7,75	2.2.68	5,50
2	6.2.68	7,75	6.2.68	4,50
3	7.2.68	9,25	8.2.68	5,25
4	7.2.68	6,25	12.2.68	4,50
5	12.2.68	7,75	1.3.68	5,00
6	12.2.68	10,25	1.3.68	5,00
7	14.2.68	8,75	13.3.68	5,00
8	15.2.68	9,25	14.3.68	5,25
9	19.2.68	10,30	15.3.68	5,50
10	20.2.68	8,75	18.3.68	4,75
Summen (h):		86,05		50,25
Mittelwerte (h):		8,605		5,025
SQ $(h)^2$:		754,6525		253,6875
SQA $(h)^2$:		14,19225		1,18125
Zahl der Freiheitsgrade:		9		9
Schätzwert der Streuung $(h)^2$:		1,576916		0,13125
UGS und 3 σ -Bereich:		0,74617507 h^2 u.2,59 h		0,06210567 h^2 u.0,75 h
OGS und 3 σ -Bereich:		5,25638886 h^2 6,88 h		0,4375 h^2 1,98 h

SQ = Summe der quadr. Einzelwerte

SQA = Summe der quadr. Abweichungen vom Mittelwert

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 35

Die Trocknungsgeschwindigkeit des Fettkolbens (a_{2AK}) bei 103°C zwischen $4\frac{1}{2}$ und $5\frac{1}{2}$ Stunden Trocknungsdauer

Lfd. Nr.	Kolben-Nr.	G_{AK}(4,5 h)	G_{AK}(5,5 h)	$\Delta G_{AK} \cdot 10^4$ g/h
1	50	103,5616	103,5546	- 70
2	27	93,2702	93,2679	- 23
3	54	109,5929	109,5843	- 86
4	17	84,2006	84,1950	- 56
5	89	94,3684	94,3584	-100
6	9	107,9775	107.9731	- 44
7	105	102,5944	102,5909	- 35
8	141	109,6004	109,5952	- 52
9	147	107.0936	107,0916	- 20
10	3	92,9100	92,9055	- 45
11	51	104,8320	104,8280	- 40
12	11	105,5869	105,5826	- 43
13	4	94,7207	94,7174	- 33
14	54	101,6810	101,6714	- 96
15	7	108,0486	108,0434	- 52
16	65	97,4204	97,4127	- 77

Summe $\cdot 10^4$	-872
Mittelwert = $\bar{a}_{2AK} \cdot 10^4$ g/h	- 54,5
SQA $\cdot 10^{+8}$(g/h)^2	9114
Zahl der Freiheitsgrade	15
Schätzwert der Streuung = $s^2_{2AK} \cdot 10^{+8}$(g/h)^2	607,6
UGS	331,53 $\cdot 10^{-8}$(g/h)^2
OGS	1455,91 $\cdot 10^{-8}$(g/h)^2

G_{AK} = Gewicht des Fettkolbens

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung (α = 0.025)

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung (α = 0.975)

Tabelle 36

Übertragungsfaktoren der nicht primären Einflußgrößen auf das Gewicht des Fettkolbens G_{AK}

Bezugsgrößen: $[^{C}/_{T^*}]^2$ u. $[^{C}/_{P^*}]^2$ s. Tabelle 27 . $G^*_{AK;u} = 67{,}5889\,g$, $G^*_{AK;0} = 113{,}0742\,g$

$\hat{a}^2_{1AK} = (0{,}66049 \cdot 10^{-4} \pm 2{,}052\sqrt{0{,}3537 \cdot 10^{-8}})^2\ (g/min)^2$, $\hat{e}^2_{1AK} \pm 2{,}11\sqrt{0{,}08976})^2\ min^2$,

$\hat{a}^2_{2AK} = (-54{,}5 \cdot 10^{-4} \pm 2{,}131\sqrt{607{,}6 \cdot 10^{-8}})^2\ (g/h)^2$, $\hat{e}^2_{2AK} = (5{,}025 \pm 2{,}262\sqrt{0{,}13125})^2\ h^2$.

Nicht primäre Einflußgröße	Formel des Übertragungsfaktors	Unterer Übertragungsfaktor	Oberer Übertragungsfaktor
Skalenablesung			
ohne Last L_0	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, L_0)$	1	1
mit Last L_G	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, L_G)$	1	1
Auftrieb bei der Wägung			
Lufttemperatur ϑ	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, \vartheta) = (G^*_{AK;u,0})^2 \cdot [^{C}/_{T^*}]^2$	$0{,}67994 \cdot 10^{-8}$	$1{,}90303 \cdot 10^{-8}\ (^{\circ}C)^{-2}$
Luftdruck P	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, P) = (G^*_{AK;u,0})^2 \cdot [^{C}/_{P^*}]^2$	$0{,}10091 \cdot 10^{-8}$	$0{,}28244 \cdot 10^{-8}\ (Torr)^{-2}$
Adsorption bei der Wägung			
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{1AK}	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, a_{1AK}) = (\bar{e}_{1AK} \pm t\sqrt{s^2 e_{1AK}})^2$	0,22235	3,01319 min^2
Wägezeit e_{1AK}	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, e_{1AK}) = (\bar{a}_{1AK} \pm t\sqrt{s^2 a_{1AK}})^2$	0	$3{,}53767 \cdot 10^{-8}\ (g/min)^2$
Manipulation m_{0AK}	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, m_{0AK})$		
Trockenprozeß			
Trocknungsgeschwindigkeit a_{2AK}	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, a_{2AK}) = (\bar{e}_{2AK} \pm t\sqrt{s^2 a_{2AK}})^2$	17,68634	34,15803
Trockendauer e_{2AK}	$\hat{v}^2_{u,0}(G_{AK}, e_{2AK}) = (\bar{a}_{2AK} \pm t\sqrt{s^2 a_{2AK}})^2$	$3{,}88808 \cdot 10^{-8}$	$11455{,}03076 \cdot 10^{-8}\ h^2\ (g/h)^2$

t = Studentfaktor (Sicherheit : 95%) s^2 = Schätzwert der Streuung

Tabelle 37

Übertragungsfaktoren der primären Einflußgrößen auf den Extraktions-Fettgehalt

Bezugsgrößen: Kleinster Fettgehalt $F_u^* = 8{,}272\%$, größter Fettgehalt $F_o^* = 46{,}481$;

Kleinste Einwaage $\Delta G^*_{E;u} = 3{,}4708$ g, größte Einwaage $\Delta G^*_{E;o} = 11{,}7776$ g

Primäre Einflußgröße	Formel des Übertragungsfaktors	Unterer Übertragungsfaktor	Oberer Übertragungsfaktor
Fettkolbengewicht G_{AK}	$\ddot{U}^2_{u,o}(F,G_{AK}) = \left(\frac{100}{\Delta G^*_{E;o,u}}\right)^2$	$72{,}0919\ g^{-2}$	$830{,}1199\ g^{-2}$
Leerkolbengewicht G_{LAK}	$\ddot{U}^2_{u,o}(F,G_{LAK}) =$ "	$72{,}0919\ g^{-2}$	$830{,}1199\ g^{-2}$
Gewicht der Sandschale mit Brät G_E	$\ddot{U}^2_{u,o}(F,G_E) = \left(\frac{F^*_{u,o}}{\Delta G^*_{E;o,w}}\right)^2$	$0{,}5491 g^{-2}$	$179{,}3460\ g^{-2}$
Gewicht der Sandschale ohne Brät G_{LE}	$\ddot{U}^2_{u,o}(F,G_{LE}) =$ "	$0{,}5491 g^{-2}$	$179{,}3460\ g^{-2}$

Tabelle 38

Formeln der Übertragungsfaktoren von den nicht primären Einflußgrößen über die primären Einflußgrößen auf den Extraktions-Fettgehalt F (siehe Tab. 14)

Nicht primäre Einflußgröße	Formeln (Rechenschema)
Skalenablesung ohne Last L_O	$\dot{U}^2(F,L_O)=\dot{U}^2(F,G_{AK})\cdot\dot{U}^2(G_{AK},L_O)+\dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot\dot{U}^2(G_{LAK},L_O)+\dot{U}^2(F,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,L_O)+\dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},L_O)$
mit Last L_G	$\dot{U}^2(F,L_G)=\dot{U}^2(F,G_{AK})\cdot\dot{U}^2(G_{AK},L_G)+\dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot\dot{U}^2(G_{LAK},L_G)+\dot{U}^2(F,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,L_G)+\dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},L_G)$
Auftrieb bei der Wägung	
Lufttemperatur	$\dot{U}^2(F,\vartheta)=\dot{U}^2(F,G_{AK})\cdot\dot{U}^2(G_{AK},\vartheta)+\dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot\dot{U}^2(G_{LAK},\vartheta)+\dot{U}^2(F,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,\vartheta)+\dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},\vartheta)$
Luftdruck P	$\dot{U}^2(F,P)=\dot{U}^2(F,G_{AK})\cdot\dot{U}^2(G_{AK},P)+\dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot\dot{U}^2(G_{LAK},P)+\dot{U}^2(F,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,P)+\dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},P)$
Adsorption bei Wägung der Sandschale ohne Brät	
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{LE}	$\dot{U}^2(F,a_{LE}) = \dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},a_{LE}) = \dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot(\dot{e}^*_{LE})^2$
Wägezeit e_{LE}	$\dot{U}^2(F,e_{LE}) = \dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot\dot{U}^2(G_{LE},e_{LE}) = \dot{U}^2(F,G_{LE})\cdot(\dot{a}^*_{LE})^2$
Desorption bei Wägung der Sandschale mit Brät	
Desorptionsgeschwindigkeit a_E	$\dot{U}^2(F,a_E) = \dot{U}^2(F,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,a_E) = \dot{U}^2(F,G_E)\cdot(\dot{e}^*_E)^2$
Wägezeit e_E	$\dot{U}^2(F,e_E) = \dot{U}^2(F,G_E)\cdot\dot{U}^2(G_E,e_E) = \dot{U}^2(F,G_E)\cdot(\dot{a}^*_E)^2$
Desorption bei Wägung des Leerkolbens	
Desorptionsgeschwindigkeit a_{LAK}	$\dot{U}^2(F,a_{LAK}) = \dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot\dot{U}^2(G_{LAK},a_{LAK}) = \dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot(\dot{e}^*_{LAK})^2$
Wägezeit e_{LAK}	$\dot{U}^2(F,e_{LAK}) = \dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot\dot{U}^2(G_{LAK},e_{LAK}) = \dot{U}^2(F,G_{LAK})\cdot(\dot{a}^*_{LAK})^2$

Tab.(Forts.

Tab.(Forts.) 38

Nicht primäre Einflußgröße	Formeln (Rechenschema)
Adsorption bei Wägung des Fettkolbens	
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{1AK}	$\ddot{U}^2(F,a_{1AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot \ddot{U}^2(G_{AK}, a_{1AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot (e^*_{1AK})^2$
Wägezeit e_{1AK}	$\ddot{U}^2(F,e_{1AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot \ddot{U}^2(G_{AK}, e_{1AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot (a^*_{1AK})^2$
Manipulation m_{OAK}	$\ddot{U}^2(F,m_{OAK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot \ddot{U}^2(G_{AK}, m_{OAK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot 1$
Trockenprozeß beim Fettkolben	
Trocknungsgeschwindigkeit a_{2AK}	$\ddot{U}^2(F,a_{2AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot \ddot{U}^2(G_{AK}, a_{2AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot (e^*_{2AK})^2$
Trockendauer e_{2AK}	$\ddot{U}^2(F,e_{2AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot \ddot{U}^2(G_{AK}, e_{2AK}) = \ddot{U}^2(F,G_{AK}) \cdot (a^*_{2AK})^2$

$\ddot{U}^2(G,L_O) = 1$

$\ddot{U}^2(G,L_G) = 1$

Tabelle 39

Das Produkt aus den Übertragungsfaktoren der nicht primären Einflußgrößen auf den Extraktionsfettgehalt ($\ddot{U}^2(F,npE.)$) und den Streuungen der nicht primären Einflußgrößen ($\sigma^2(npE.)$)

Nicht primäre Einflußgröße (npE.)	$\ddot{U}_u^2(F,npE.)$	$\sigma_u^2(npE.)$	$\ddot{U}_0^2(F,npE.)$	$\sigma_0^2(npE.)$
Skalenablesung ohne Last L_0	$145,282(g)^{-2}$	$1,3409 \cdot 10^{-8}(g)^2$	$2018,930(g)^{-2}$	$4,7777 \cdot 10^{-8}(g)^2$
mit Last L_G	$145,282(g)^{-2}$	$1,3409 \cdot 10^{-8}(g)^2$	$2018,930(g)^{-2}$	$4,7777 \cdot 10^{-8}(g)^2$
Auftrieb bei der Wägung				
Lufttemperatur ϑ	$96,526 \cdot 10^{-8}(°C)^{-2}$	$1,53\ (°C)^2$	$3416,945 \cdot 10^{-8}(°C)^{-2}$	$7,06\ (°C)^2$
Luftdruck P	$14,326 \cdot 10^{-8}(Torr)^{-2}$	$8,94\ (Torr)^2$	$507,1199 \cdot 10^{-8}(Torr)^{-2}$	$41,49\ (Torr)^2$
Adsorption bei Wägung d. Sandschale ohne Brät				
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{LE}	$0,121(min/g)^2$	$7,48 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$465,923(min/g)^2$	$42,93 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$
Wägezeit e_{LE}	$0\ (min)^{-2}$	$0,040\ (min)^2$	$29606,151 \cdot 10^{-8}(min)^{-2}$	$0,1684\ (min)^2$
Desorption der Wägung der Sandschale mit Brät				
Desorptionsgeschwindigkeit a_E	$0\ (min/g)^2$	$1,829 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$1193,835\ (min/g)^2$	$12,8842 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$
Wägezeit e_E	$24,267 \cdot 10^{-8}(min)^{-2}$	$0,2262\ (min)^2$	$43322,515 \cdot 10^{-8}(min)^{-2}$	$0,9035\ (min)^2$
Desorption der Wägung des Leerkolbens				
Desorptionsgeschwindigkeit a_{LAK}	$15,669(min/g)^2$	$0,2585 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$	$1316,720\ (min/g)^2$	$1,4834 \cdot 10^{-8}(g/min)^2$
Wägezeit e_{LAK}	$3413,050 \cdot 10^{-8}(min)^{-2}$	$0,0256\ (min)^2$	$79497,711 \cdot 10^{-8}(min)^{-2}$	$0,0638\ (min)^2$
Adsorption bei Wägung des Fettkolbens				

Tab. (Forts.)

Tab. (Forts.) 39

Nicht primäre Einflußgröße (npE.)		$\ddot{u}_u^2$(F,npE.)	σ^2_u(npE.)	$\ddot{u}_o^2$(F,npE.)	σ^2_o(npE.)
Adsorption bei Wägung des Fettkolbens					
Adsorptionsgeschwindigkeit	a_{1AK}	$16{,}030\,(\mathrm{min/g})^2$	$0{,}2211\cdot10^{-8}\,(\mathrm{g/min})^2$	$2501{,}309\,(\mathrm{min/g})^2$	$0{,}655\cdot10^{-8}\,(\mathrm{g/min})^2$
Wägezeit	e_{1AK}	$0\ (\mathrm{min})^{-2}$	$0{,}0505\ \mathrm{min}^2$	$2936{,}690\cdot10^{-8}\,(\mathrm{min})^{-2}$	$0{,}2018\,(\mathrm{min})^2$
Manipulation	m_{0AK}	$72{,}092\,g^{-2}$	$513{,}5398\cdot10^{-8}\,g^2$	$830{,}1199\ g^{-2}$	$1293{,}0240\cdot10^{-8}\ g^2$
Trockenprozeß beim Fettkolben					
Trocknungsgeschwindigkeit	a_{2AK}	$1275{,}042\,(\mathrm{h/g})^2$	$331{,}5387\cdot10^{-8}\,(\mathrm{g/h})^2$	$28355{,}260\,(\mathrm{h/g})^2$	$1455{,}9105\cdot10^{-8}\,(\mathrm{g/h})^2$
Trockendauer	e_{2AK}	$280{,}299\cdot10^{-8}\,(\mathrm{h})^{-2}$	$0{,}0621\ (\mathrm{h})^2$	$9509048{,}989\cdot10^{-8}\,(\mathrm{h})^2$	$0{,}4375\ (\mathrm{h})^2$

$\ddot{u}^2_{u,o}$(F,npE.) = Unterer, Oberer Übertragungsfaktor von der nicht primären Einflußgröße auf den Fettgehalt

$\sigma^2_{u,o}$(npE.) = Unterer, Oberer Grenzwert ($\alpha = 0{,}025$, $\alpha = 0{,}975$) der Streuung der nicht primären Einflußgröße

Tabelle 40

Die theoretische Gesamtstreuung des Extraktionsfettgehaltes

(Ergebnisse aus Tabelle 39)

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung, OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Nicht primäre Einflußgröße	Anteil an UGS des Fettgehaltes x 10^6(g/100g)^2	Prozentualer Anteil an UGS %	Anteil an OGS des Fettgehaltes x 10^6(g/100g)^2	Prozentualer Anteil an OGS %
Skalenablesung				
ohne Last L_o	1,94809	0,0423	96,45842	0,0207
mit Last L_G	1,94809	0,0423	96,45842	0,0207
Auftrieb bei der Wägung				
Lufttemperatur ϑ	1,47685	0,0321	241,23632	0,0517
Luftdruck P	1,28074	0,0278	210,40405	0,0451
Adsorption bei Wägung der Sandschale ohne Brät				
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{LE}	0,00905	0,0002	200,02074	0,0429
Wägezeit e_{LE}	0,00000	0,0000	49,84492	0,0107
Desorption bei Wägung d.Sandschale mit Brät				
Desorptionsgeschwindigkeit a_E	0,00000	0,0000	153,81573	0,0330
Wägezeit e_E	0,05410	0,0012	391,39989	0,0839
Desorption bei Wägung des Leerkolbens				
Desorptionsgeschwindigkeit a_{LAK}	0,04051	0,0009	19,53249	0,0042
Wägezeit e_{LAK}	0,87524	0,0190	50,69967	0,0109
Adsorption bei Wägung des Fettkolbens				
Adsorptionsgeschwindigkeit a_{1AK}	0,03545	0,0008	16,38357	0,0035
Wägezeit e_{1AK}	0,00000	0,0000	5,92712	0,0013
Manipulation m_{oAK}	370,22110	8,0390	10733 , 64937	2,2999
Trockenprozeß beim Fettkolben				
Trocknungsgeschwindigkeit a_{2AK}	4227,25818	91,7907	412827,21898	88,4576
Trockendauer e_{2AK}	0,17409	0,0038	41602,08933	8,9142
Summe	4605,32229	100	466695,13902	100

Forts.Tabelle

Zu Tabelle 40

Summe:	4605,32229	100		466695,13902	100
Theoretischer UGS:	0,004605 $(\%)^2$		Theoretischer OGS:	0,466695 $(\%)^2$	
Empirischer UGS:	0,12838 $(\%)^2$		Empirischer OGS:	0,19318 $(\%)^2$	

Die Methode der Extraktions-Bestimmung ist also bei relativ großem theoretischem Streubereich fehlerdicht. Der Haupteinfluß liegt - bei Betrachtung des prozentualen Streuanteils an der Gesamtstreuung - beim Trockenprozeß.

Auch hier wird zur Verringerung der Streuung vorgeschlagen, die Fettkolben im Vakuum-Trockenschrank vom Methylenchlorid zu befreien. Zur Ermittlung der empirischen Streuung wurden 163 Doppelbestimmungen aus der Routine (Tabelle 41), eine 18fach-Bestimmung (Tabellen 33,42) und eine 6fach-Bestimmung (Tabelle 43 Extraktionsdauer: 1 h) zusammengefaßt (Tabelle 44), da sich nach dem Bartlett-Test[17] kein Widerspruch zur Gleichheit dieser Streuungen ergab.

Tabelle 41

Streuung des Extraktionsfettgehaltes,
berechnet aus 1 6 3 Doppelbestimmungen

F_{1j} = 1. Bestimmung (% Fettgehalt) an der j-ten Probe

F_{2j} = 2. Bestimmung (% Fettgehalt) an derselben Probe

j = Laufende Nummer der Proben

$(F_{1j}-F_{2j})$ = Absoluter Betrag der Differenz der ersten und zweiten Bestimmung an derselben, j-ten Probe

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	F_{1j}	F_{2j}	$\lvert F_{1j}-F_{2j} \rvert$
1	574	1	1964	28,423	28,408	0,015
2	1571	2	1964	31,050	30,368	0,682
3	1756	2	1964	25,644	25,969	0,325
4	1349	2	1964	30,506	29,900	0,606
5	2356	3	1964	34,999	35,253	0,254
6	2077	3	1964	38,491	37,421	1,070
7	2297	3	1964	35,534	35,667	0,133
8	2374	3	1964	32,101	31,949	0,152
9	2379	3	1964	39,657	39,622	0,035
10	2028	3	1964	31,616	31,827	0,211
11	2380	3	1964	34,834	34,285	0,549
12	2076	3	1964	26,423	26,963	0,540
13	2576	4	1964	19,171	19,376	0,205
14	2980	4	1964	27,595	28,007	0,412
15	2848	4	1964	27,701	27,804	0,103
16	2515	4	1964	26,299	27,347	1,048
17	2663	4	1964	32,723	33,493	0,770
18	2558	4	1964	35,912	36,656	0,744
19	3024	4	1964	33,180	33,254	0,074
20	2573	4	1964	33,348	33,149	0,199
21	2494	4	1964	20,930	20,871	0,059
22	3324	5	1964	39,284	39,193	0,091
23	3452	5	1964	42,842	42,746	0,096
24	3545	5	1964	33,708	33,896	0,188
25	3286	5	1964	23,780	23,912	0,132
26	3543	5	1964	37,417	37,897	0,480
27	3544	5	1964	33,279	33,077	0,202
28	3436	5	1964	36,289	36,373	0,084
29	3456	5	1964	38,865	38,810	0,055
30	3223	5	1964	32,373	32,255	0,118
31	3891	6	1964	37,221	37,009	0,212
32	3688	6	1964	13,357	13,636	0,279
33	3669	6	1964	31,237	31,407	0,170
34	3637	6	1964	34,599	34,695	0,096
35	3634	6	1964	33,194	32,847	0,347
36	3946	6	1964	35,723	35,854	0,131
37	3734	6	1964	36,437	36,302	0,135
38	3915	6	1964	36,275	37,927	1,652
39	3968	6	1964	34,180	33,992	0,188
40	3742	6	1964	36,943	37,199	0,256
41	4474	7	1964	37,350	37,414	0,064
42	4363	7	1964	31,708	31,911	0,203

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	F_{1j}	F_{2j}	$\lvert F_{1j}-F_{2j} \rvert$
43	4362	7	1964	28,298	28,600	0,302
44	5936	10	1964	36,781	36,931	0,150
45	669	1	1965	41,212	40,807	0,405
46	666	1	1965	45,018	44,150	0,868
47	135	1	1965	38,953	39,673	0,720
48	132	1	1965	34,682	34,799	0,117
49	248	1	1965	44,703	44,865	0,162
50	133	1	1965	37,792	38,024	0,232
51	580	1	1965	42,242	41,557	0,685
52	247	1	1965	37,830	37,535	0,295
53	164	1	1965	41,311	42,608	1,297
54	670	1	1965	37,266	36,666	0,600
55	667	1	1965	42,559	43,582	1,023
56	1296	2	1965	35,456	34,700	0,756
57	973	2	1965	38,178	37,928	0,250
58	1355	2	1965	39,229	39,302	0,073
59	1684	3	1965	39,254	40,105	0,851
60	1568	3	1965	36,828	37,141	0,313
61	1567	3	1965	34,821	35,085	0,264
62	1683	3	1965	44,749	44,658	0,091
63	1686	3	1965	36,927	37,220	0,293
64	2006	3	1965	39,246	38,832	0,414
65	2013	3	1965	33,756	34,118	0,362
66	1560	3	1965	35,453	34,372	1,081
67	1559	3	1965	35,847	34,180	1,667
68	2645	4	1965	37,875	37,333	0,542
69	2179a	4	1965	37,351	37,152	0,199
70	2179	4	1965	35,624	35,723	0,099
71	2292	4	1965	37,364	36,352	1,012
72	2322	4	1965	33,402	33,124	0,278
73	2356	4	1965	36,374	35,776	0,598
74	2357	4	1965	35,757	34,487	1,270
75	3325	5	1965	36,023	35,504	0,519
76	3097	5	1965	37,931	38,760	0,829
77	3202	5	1965	36,534	36,162	0,372
78	2847	5	1965	34,979	35,130	0,151
79	3831	6	1965	35,773	36,051	0,278
80	3886	6	1965	39,512	38,697	0,815
81	3581	6	1965	37,432	36,825	0,607
82	3449	6	1965	38,144	38,558	0,414
83	3450	6	1965	46,481	46,180	0,301
84	3746	6	1965	37,788	38,519	0,731
85	3446	6	1965	39,948	39,775	0,173
86	3437	6	1965	45,782	46,032	0,250
87	3580	6	1965	37,568	37,274	0,294
88	3747	6	1965	34,797	35,389	0,592
89	4685	7	1965	39,950	41,057	1,107
90	4461	7	1965	37,985	37,181	0,804
91	4387	7	1965	36,749	36,590	0,159
92	4133	7	1965	34,981	34,414	0,567
93	4135	7	1965	37,606	36,127	1,479
94	4458	7	1965	34,391	34,023	0,368
95	4134	7	1965	36,612	35,352	1,260
96	4136	7	1965	32,882	32,910	0,028
97	4137	7	1965	34,021	34,023	0,002
98	4260	7	1965	36,283	36,571	0,288
99	4259	7	1965	34,679	34,828	0,149
100	4129	7	1965	35,995	35,969	0,026

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	F_{1j}	F_{2j}	$\lvert F_{1j}-F_{2j} \rvert$
101	3974	7	1965	34,710	35,097	0,387
102	4450	7	1965	35,405	35,016	0,389
103	4465	7	1965	33,621	33,003	0,618
104	4460	7	1965	38,106	37,622	0,484
105	4130	7	1965	34,905	34,000	0,905
106	4914	8	1965	37,220	36,312	0,908
107	4790	8	1965	36,142	37,282	1,140
108	4817	8	1965	34,411	35,143	0,732
109	5700	9	1965	35,986	34,887	1,099
110	5701	9	1965	36,448	37,337	0,889
111	6174	10	1965	34,787	34,546	0,241
112	6151	10	1965	34,287	34,343	0,056
113	5908	10	1965	35,655	34,606	1,049
114	6176	10	1965	34,839	34,827	0,012
115	6530	11	1965	40,863	40,979	0,116
116	6432	11	1965	37,287	37,138	0,149
117	6431	11	1965	37,120	39,927	2,807
118	6789	11	1965	36,442	36,592	0,150
119	6531	11	1965	38,675	38,211	0,464
120	6966	12	1965	39,362	39,639	0,277
121	6965	12	1965	38,694	39,280	0,586
122	7223	12	1965	9,788	9,576	0,212
123	7222	12	1965	9,166	8,727	0,439
124	927	1	1966	39,746	39,932	0,186
125	926	1	1966	39,284	38,946	0,338
126	1157	1	1966	35,226	35,089	0,137
127	932	1	1966	36,742	36,602	0,140
128	931	1	1966	38,143	37,837	0,306
129	208	1	1966	36,014	35,764	0,250
130	207	1	1966	35,762	34,982	0,780
131	1158	1	1966	36,163	35,866	0,297
132	1159	1	1966	35,406	35,126	0,280
133	2139	2	1966	35,845	36,195	0,350
134	2140	2	1966	34,835	35,111	0,276
135	2144	2	1966	35,616	35,598	0,018
136	2145	2	1966	34,642	35,556	0,914
137	1632	2	1966	35,020	34,830	0,190
138	1636	2	1966	15,204	15,546	0,342
139	2122	2	1966	24,306	24,069	0,237
140	3337	3	1966	39,399	39,919	0,520
141	3338	3	1966	40,406	39,880	0,526
142	3533	3	1966	36,265	36,321	0,056
143	3532	3	1966	33,266	33,513	0,247
144	3462	3	1966	35,532	35,299	0,233
145	4667	4	1966	37,701	38,008	0,307
146	4383	4	1966	39,173	38,921	0,252
147	4384	4	1966	39,853	39,881	0,028
148	5006	4	1966	38,749	39,101	0,352
149	5592	5	1966	35,958	35,927	0,031
150	5709	5	1966	39,012	38,919	0,093
151	5729	5	1966	40,351	40,058	0,293
152	5730	5	1966	40,696	40,653	0,043
153	5572	5	1966	33,489	33,843	0,354
154	5576	5	1966	35,787	35,522	0,265
155	5710	5	1966	37,317	37,069	0,248
156	5575	5	1966	35,475	35,301	0,174

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	F_{1j}	F_{2j}	$\lvert F_{1j}-F_{2j} \rvert$
157	6861	6	1966	36,184	36,248	0,064
158	6862	6	1966	35,960	35,401	0,559
159	6860	6	1966	15,992	16,470	0,478
160	8115	7	1966	39,240	38,817	0,423
161	8117	7	1966	36,666	36,396	0,270
162	8750	8	1966	40,803	41,211	0,408
163	8746	8	1966	35,659	35,042	0,617

SQD = Summe der quadrierten Differenzen: $54,673254(\%)^2$

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert = $\frac{SQD}{2}$: $27,336627(\%)^2$

f = Zahl der Freiheitsgrade: 163

s^2 = Schätzwert der Streuung = $\frac{SQA}{f}$ $0,167709(\%)^2$

Tabelle 42

Achtzehn besonders sorgfältige Bestimmungen des Fettgehaltes am selben Bockwurstbrät (Extraktionsdauer: 6, 9 u. 10 h)

Nr.	Schalennummer	Fettgehalt (g/100 g)
1	54	34.653
2	11	34.202
3	4	34.553
4	51	33.881
5	7	34.291
6	65	34.184
7	52	34.618
8	148	34.265
9	12	34.158
10	43	34.523
11	107	34.135
12	131	34.379
13	36	33.864
14	129	34.775
15	14	34.341
16	133	34.173
17	48	34.737
18	94	34.219
Summe		617.951
Zahl der Freiheitsgrade		17

Tabelle 43

Sechs besonders sorgfältige Bestimmungen des Fettgehaltes am selben Bockwurstbrät (Extraktionsdauer: 1 h)

Nr.	Fettgehalt (g/100 g)
1	33.815
2	33.536
3	33.705
4	33.902
5	34.002
6	34.223
Summe	203.183
Zahl der Freiheitsgrade	5
Schätzwert der Streuung	0,05692696 $(\%)^2$

Tabelle 44

Empirische Streuungen der Fettbestimmung nach der Extraktionsmethode

Art der Mehrfachbestimmung	Zahl der Freiheitsgrade	SQA $(\%)^2$	$s^2 (\%)^2$
Doppel	163	27,336627	0,167709
Sechsfach	5	0,284635	0,0569
Achtzehnfach	17	1,207222	0,0710
Summen	185	28,828484	
Schätzwert der vereinigten Streuung			0,15582964 $(\%)^2$
UGS			0,12838 $(\%)^2$
OGS			0,19318 $(\%)^2$
Minimaler 3σ-Bereich			1,075 (%)
Maximaler 3σ-Bereich			1,319 (%)

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
s^2 = Schätzwert der Streuung
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung ($\alpha = 0.025$)
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung ($\alpha = 0.975$)

Die Berechnung der theoretischen Streuung einer maßanalytischen Methode(Rücktitration)

Routinebestimmung des Kjeldahl-Stickstoffs:
Ca. 1,7 g homogenisierten Wurstbrätes werden in stickstoffreie Pergamentpapier-Schiffchen vom Gewicht G_{LE} eingefüllt, wobei sich das Gesamtgewicht G_E ergibt.
Die gefüllten Schiffchen werden in 500-ml-Kjeldahlkolben eingebracht. Dazu werden etwa 0,8 g einer Mischung aus 98 g Na_2SO_4 und 2 g $CuSO_4.7H_2O$ sowie ca. 0,6 g "Selenreaktionsgemisch nach Wieninger"(Merck) und einige Glasperlen gegeben. Nach Zugabe von 20 ml stickstoffreier, konzentrierter Schwefelsäure wird mit aufgesetztem Trichter unter gelegentlichem Schütteln ca. 8 Stunden lang in der Siedehitze aufgeschlossen. Der Aufschluß ist beendet, wenn die abgekühlte Flüssigkeit farblos erscheint. Sie wird nach Verdünnen mit Wasser in eine vorgeheizte Büchiapparatur zur Wasserdampfdestillation eingefüllt und mit 70 ml 33%iger Natronlauge versetzt. Vorher wurde am Kühlerausfluß ein Titrierkolben mit v_1 ml q_1-normaler Schwefelsäure untergestellt, die mit einigen Tropfen Tashiro-Indikator-Lösung versetzt wurde. Zur vorgelegten Schwefelsäure wurde soviel destilliertes Wasser zugegeben, daß das Kühlerende ca. 2 cm tief in die Säure eintauchte. Durch den Laugezusatz in der Büchi-Apparatur wurde Ammoniak freigesetzt, das mit Wasserdampf 7 min lang in die Vorlage übergetrieben wird.

Die überschüssige Schwefelsäure wird mit v_2 ml Natronlauge der Normalität q_2 bis zum Farbumschlag nach grün titriert. Die Berechnungsformel für den Stickstoffgehalt N lautet:

$$N = C \cdot \frac{q_1 \cdot v_1 - q_2 v_2}{G_E - G_{LE}} \quad (g/100g) \qquad (41)$$

C = Äquivalenzkonstante = 1,4008 mg/mVal

q_1 = Produkt aus Normalität im engeren Sinne und dem sogenannten Faktor der Schwefelsäure = ca. 0,2 mVal/ml

v_1 = Volumenablesung der vorgelegten Schwefelsäure (ml)

q_2, v_2 = entsprechende primäre Einflußgrößen in Bezug auf die Natronlauge-Maßlösung

G_E, G_{LE} = siehe bei den gravimetrischen Methoden

Theorie der Streuungszerlegung zur maßanalytischen Methode: Mit Hilfe der kleinen Biasfunktion geht Gl (41) über in

$$N = C. \frac{[q_1^* + b(q_1)]\,[v_1^* + b(v_1)] - [q_2^* + b(q_2)] \cdot [v_2^* + b(v_2)]}{[G_E^* + b(G_E)] - [G_{LE}^* + b(G_{LE})]} \qquad (42)$$

$$= C. \frac{(q_1^* v_1^* - q_2^* v_2^*) + q_1^* b(v_1) + v_1^* b(q_1) - q_2^* b(v_2) - v_2^* b(q_2)}{(G_E^* - G_{LE}^*) - b(G_E) - b(G_{LE})} \qquad (43)$$

Die Produkte b(q).b(v) wurden vernachlässigt. Nach Umformung analog den Gleichungen(23,27) folgt

$$N = N^* \cdot \left[1 + \frac{C}{N^* \Delta G_E^*} \left(q_1^* \cdot b(v_1) - q_2^* \cdot b(v_2) + v_1^* \cdot b(q_1) - v_2^* b(q_2)\right) - \frac{1}{\Delta G_E^*} \left(b(G_E) - b(G_{LE})\right)\right] \qquad (44)$$

Durch partielle Differentiation und Quadrieren werden die Übertragungsfaktoren $\ddot{U}^2$ erhalten:

$$\ddot{U}^2(N,v_1) = \left(C \frac{q_2^*}{\Delta G_E^*}\right)^2, \quad \ddot{U}^2(N,v_2) = \left(C \frac{q_1^*}{\Delta G_E^*}\right)^2 \qquad (45)$$

$$\ddot{U}^2(N,q_1) = \left(C \frac{v_2^*}{\Delta G_E^*}\right)^2, \quad \ddot{U}^2(N,q_2) = \left(C \frac{v_1^*}{\Delta G_E^*}\right)^2 \qquad (46)$$

$$\ddot{U}^2(N,G_E) = \left(N^*/\Delta G_E^*\right)^2 = \ddot{U}^2(N,G_{LE}) \qquad (47)$$

Bei der Volumenbestimmung muß das Meßvolumen v_M mit dem Flüssigkeitsvolumen v_{Fl} übereinstimmen:

$$v_M = v_{Fl} \qquad (48)$$

Daraus folgt unter Berücksichtigung der Temperatur:

$$v_{M0}\left(1 + \alpha_M(\vartheta_M - \vartheta_0)\right) = v_{Fl0}\left(1 + \alpha_{Fl}(\vartheta_{Fl} - \vartheta_0)\right) \qquad (49)$$

v_{M0} = Meßvolumen bei Bezugstemperatur ϑ_0
v_{Fl0} = Flüssigkeitsvolumen bei Bezugstemperatur

α_M = kubischer, thermischer Ausdehnungskoeffizient des Bürettenglases
α_{Fl} = kubischer thermischer Ausdehnungskoeffizient der Maßlösung

$$v_{M0} = v_{Fl0} \cdot \frac{1 + \alpha_{Fl}(\vartheta_{Fl} - \vartheta_0)}{1 + \alpha_M(\vartheta_M - \vartheta_0)} = v_{Fl0} \cdot \gamma_v \qquad (50)$$

$$\gamma_v \approx 1 + \alpha_{Fl}(\vartheta - \vartheta_0) - \alpha_M(\vartheta - \vartheta_0)$$
$$= 1 + (\alpha_{Fl} - \alpha_M)(\vartheta - \vartheta_0) \qquad (51)$$

wenn $\vartheta_M = \vartheta_{Fl} = \vartheta$

Für das Volumen setzt man $v = v^* + b(v)$
mit

$$b(v) = v_{M0} - \left(v_{Fl00} + \sum_K a_K \cdot e_K\right) \cdot \gamma_v \qquad (52)$$

b(v) = kleine Biasfunktion der Volumenablesung, die die Eigenschaften des Meßgerätes, der Meßprobe und der Umgebung beschreibt.

v_{Fl00} = scheinbares Volumen der Flüssigkeit bei der Bezugstemperatur, wenn alle Änderungen der nicht primären Einflußgrößen e_k verschwinden.

a_k = Koeffizient der k-ten nicht primären Einflußgröße

Bei Anwendung des Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes auf Gl. (52) folgt:

$$\sigma^2_b(v) = \sigma^2_e(v_{M0}) + \sigma^2(v_{Fl00}) + \sum_k (a^*)^2 \cdot \sigma^2_e(e_k) + \sum_k (e^*_k)^2 \cdot \sigma^2(a_k) + (\gamma^*)^2 \cdot \sigma^2(\gamma_v) \qquad (53)$$

mit $v^* = v_{Fl00} + \sum_k a_k \cdot e_k$ (54)

und $\ddot{U}^2(v, v_{M0}) = \ddot{U}^2(v, v_{Fl00}) = 1$ (55)

und $\ddot{U}^2(\gamma_v, \vartheta) = (\alpha_{Fl} - \alpha_M)^2$ (56)

Die Streuung der kleinen Biasfunktion der Normalität wird gleich Null gesetzt (In der Routine werden in der Regel Doppelbestimmungen gemacht, wobei die zweite Bestimmung unmittelbar auf die erste folgt. In dieser kurzen Zeitspanne sind Änderungen der nicht primären Einflußgrößen nicht zu erwarten)

Die Streuungen der kleinen Biasfunktionen der Gewichtsablesungen G_{LE} und G_E sind schon bei den gravimetrischen Methoden behandelt worden. Darüber hinaus werden diese bei der Berechnung der theoretischen Streuung des Stickstofgehaltes nicht berücksichtigt, da ihr Anteil an der Gewamtstreuung nur ca.1% beträgt (siehe Vorabveröffentlichung von P.Rögner und A.Mahling[28])

Die Berechnung der theoretischen Streuung im Routinebetrieb : Die Streuung der Volumenablesung v_2 der Natronlaugemaßlösung wird mit den Daten aus folgenden Tabellen berechnet: (Tabelle 45 ,Tropfenvolumen): Das Volumen

T a b e l l e 45

Tropfenvolumen von 100 Tropfen

Nr.	V 100
1	4.7
2	4.8
3	4.7
4	4.6
5	4.7
6	4.6
Summe	28.1 ml

Mittelwert für 100 Tropfen:	4.68$\bar{3}$ ml
Mittelwert für 1 Tropfen:	0.04683 ml
SQA für 100 Tropfen:	0.03 $(ml)^2$
Zahl der Freiheitsgrade:	5
Schätzwert der Streuung für 100 Tropfen:	0.006 $(ml)^2$
Schätzwert der Streuung für 1 Tropfen:	$6 \cdot 10^{-7}$ $(ml)^2$
UGS für 1 Tropfen:	$2.338 \cdot 10^{-7}$ $(ml)^2$
OGS für 1 Tropfen:	$36.101 \cdot 10^{-7}$ $(ml)^2$

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = unterer Grenzwert der Streuung
OGS = oberer Grenzwert der Streuung

eines Tropfens aus der Bürettenspitze wurde über das Volumen von 100 Tropfen v_{100} ermittelt. Aus mehreren v_{100} wurde schließlich die Volumenstreuung eines Tropfens ermittelt. Diese Beobachtungen waren notwendig, da von den Assistentinnen bei der Titration am Äquivalenzpunkt zwischen der Farblosikeit der mit Tashiroindikator versetzten Titrationslösung und einem mehr oder minder sattem Grünton eine nicht fixe Anzahl von Tropfen zugegeben wird(Tabelle 46 ,Tropfenanzahl).
Die Daten für den Streuanteil der Temperatur auf die Volumenablesung der Natronlauge ergeben sich aus den Tabellen (2 ,ϑ) und (47 ,v_2^*). $(\alpha_{Fl} - \alpha_M) = 2.10^{-4}$ $(^oC)^{-1}$ aus $226.10^{-6}(^oC)^{-1}$ (kubischer Ausdehnungskoeffizient verdünnter Säuren und Laugen) und 26.10^{-6} $(^oC)^{-1}$ (kubischer Ausdehnungskoeffizient des Bürettenglases)
(Die Temperatur dürfte nur relevant sein, wenn sich eine Mehrfachbestimmung über mehrere Tage erstreckt. Bei Doppelbestimmungen am gleichen Tage ist die Temperaturstreuung geringer. Wenn dennoch die Temperaturstreuung über mehrere Tage berücksichtigt wurde, so ist dieser nicht schwerwiegend, weil dieser Anteil an der Volumenstreuung verschwindend klein ist).
(Tabelle 48 , Bestimmung der Manipulationsstreuung): Dazu wurden jeweils 10 ml einer 2%igen Ammoniumsulfatlösung aus derselben Pipette einmal ohne Aufschluß und zum anderen mit Aufschluß nach der Kjeldahlmethode untersucht. Die Mittelwerte ohne und mit Aufschluß waren nach dem t-Test gleich (bei nach dem F-Test gleichen Streuungen). Die Streuungen können zur Manipulationsstreuung vereinigt werden (Manipulationsstreuung des Verfassers).

T a b e l l e 46

Beobachtung der Tropfenanzahl (Tr) in der Nähe des Äquivalenzpunktes (Umschlagsspannweiten)

Nr.	Ass.	Tropfenzahl
1	Mu	1
2	"	2
3	"	1
4	"	1
5	"	1
6	Le	3
7	"	2
8	"	2
9	"	1
10	"	2
11	"	1
12	Ko	1
13	"	1
14	"	1
15	"	1
16	"	1
17	"	2
18	"	1
19	"	2

Summe :	27 (Tr)
Mittelwert :	1.421 (Tr)
SQA :	6.6 $(Tr)^2$
Zahl der Freiheitsgrade :	18
Schätzwert der Streuung :	0.37 $(Tr)^2$
UGS :	0.211 $(Tr)^2$
OGS :	0.809 $(Tr)^2$

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = unterer Grenzwert der Streuung
OGS = oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 47

Übertragungsfaktoren von der Streuung der primären Einflußgrößen auf die theoretische Gesamtstreuung des Stickstoffgehaltes

Bezugsgrößen: $C = 1{,}4008$ mg/mVal oder g/Val

$q^*_{1;u} = 0{,}9264 \cdot 0{,}2$; $q^*_{1;0} = 1{,}3288 \cdot 0{,}2$ mVal/ml;

$q^*_{2;u} = 0{,}9036 \cdot 0{,}2$; $q^*_{2;0} = 1{,}1181 \cdot 0{,}2$ mVal/ml;

$V^*_{1;u} = 20{,}0$ ml $\quad V^*_{1;0} = 26{,}0$ ml

$V^*_{2;u} = 4{,}5$ ml $\quad V^*_{2;0} = 17{,}6$ ml

$\Delta G^*_{E;u} = 1{,}5490$ g $\quad \Delta G^*_{E;0} = 2{,}0821$ g

Primäre Einflußgröße	Formel	Unterer Übertragungsfaktor	Oberer Übertragungsfaktor
Volumen der Schwefelsäure V_1	$\left(\frac{C \cdot q^*_1}{\Delta G^*_E}\right)^2$	0,01554	0,05776 $(ml)^{-2}$
Volumen der Natronlauge V_2	$\left(\frac{C \cdot q^*_2}{\Delta G^*_E}\right)^2$	0,01478	0,04090 $(ml)^{-2}$
Normalität der Schwefelsäure q_1	$\left(\frac{C \cdot V^*_1}{\Delta G^*_E}\right)^2$	181,05440	552.83576 $(^{ml}/_{mVal})^2$
Normalität der Natronlauge q_2	$\left(\frac{C \cdot V^*_2}{\Delta G^*_E}\right)^2$	9,16588	253,32308 $(^{ml}/_{mVal})^2$

T a b e l l e 48

Bestimmung der Manipulationsstreuung.

Verbrauch an 0.2 n NaOH-Lsg. bei Destillation von 10 ml 2%iger $(NH_4)_2 SO_4$-Lsg. mit und ohne Aufschluß
Vorlage: 25 ml 0.2 n H_2SO_4
Aufschlußdauer: 5 h
Destillationsdauer: 7 min

Nr.	Verbrauch mit Aufschluß (ml)	Verbrauch ohne Aufschluß (ml)
1	10.35	10.05
2	10.15	10.10
3	10.20	10.25
4	10.40	10.10
5	10.45	10.20
6	10.35	10.15
7	10.30	10.30
8	10.30	10.00
9	10.30	10.10
10	10.40	10.10
11	10.50	10.00
Summen:	113.70 ml	111.35 ml
Mittelwerte:	10.336 ml	10.123 ml
Zahl der Freiheitsgrade	10	10
SQA	$1054.4 \cdot 10^{-4} (ml)^2$	$918.2 \cdot 10^{-4}$
Schätzwert der Streuungen	$105.44 \cdot 10^{-4} ml^2$	$91.8 \cdot 10^{-4} ml^2$
UGS:	$57.72 \cdot 10^{-4} ml^2$	
OGS:	$205.67 \cdot 10^{-4} ml^2$	

SQA = Summen der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert
UGS = unterer Grenzwert der Streuung
OGS = oberer Grenzwert der Streuung

Da bei Ermittlung dieser Streuung der Tropfenfehler durch Anlegen der Bürettenspitze an den Kolben und Titration auf farblos ausgeschaltet wurde - und der Temperatureinfluß durch kontinuierliches Aufarbeiten der 22 Bestimmungen minimiert wurde -, bleibt nur die Frage, ob in der Manipulationsstreuung noch der Bürettenfehler enthalten wäre. Da jedoch praktisch gleiche Natronlaugevolumina verbraucht wurden, kann auch dieser Einfluß vernachlässigt werden.

In der Routine differiert der Natronlauge-Verbrauch jedoch um ca.13 ml und wird über den gesamten Graduierungsbereich (0-50ml) der Bürette gemessen.
Demnach mußte noch eine "Bestimmung der Streuung der Bürettenablesung für die Natronlaugebürette" (Tabelle 49) vorgenommen werden.
Dazu wurde die Natronlaugebürette mit destilliertem Wasser von Raumtemperatur (20,5°C) gefüllt. Es wurden die Flüssigkeitsmengen zwischen den Bürettenmarken

0,0 und 10,0
10,0 und 20,0
20,0 und 30,0
30,0 und 40,0
40,0 und 50,0 genau

durch Abstreifen der Bürettenspitze in vorher gewogene 10-ml-Kölbchen abgelassen und die Kölbchen wurden mit Plastikstopfen dicht verschlossen. Die Inhaltsgewichte wurden bestimmt und über die Wasserdichte bei 20.5°C in die Volumina umgerechnet; aus diesen wurde die Streuung der Bürettenablesung berechnet.

Die unteren und oberen Grenzstreuungen mit den unteren und oberen Übertragungsfaktoren auf die Streuung des Volumens der Natronlauge sind in Tabelle 50 wiedergegeben.

Tabelle 49

Bestimmung der Streuung der Bürettenablesung für die Natronlauge - Bürette durch Auswiegen von Wasser.

* Temperatur des Wassers: 20.5°C

Dichte des Wassers: 0.998126 g/ml

L_o : Meniskusstand vor der Wasserentnahme

L_v : Meniskusstand nach der Entnahme von je 10 ml Wasser

Nr.	L_v(ml)	L_o(ml)	$G_{L_v-L_o}$ (g)	$V_{L_v-L_o}$ (ml)
1*	10	0	10.04451	10.06337
2	10	0	10.06664	10.08555
3	20	10	10.04730	10.06616
4	20	10	9.98916	10.00791
5	30	20	10.03506	10.05390
6	30	20	10.06165	10.08054
7	40	30	10.12589	10.14490
8	40	30	10.13103	10.15005
9	50	40	10.13706	10.15609
10*	50	40	10.11032	10.12930

Summe (ml)		100.93777
Mittelwert (ml)		10.093777
SQA $(ml)^2$:	218.185080 . 10^{-4}	
Zahl der Freiheitsgrade:	9	
Schätzwert der Streuung $(ml)^2$:	24.2427866. 10^{-4}	
UGS $(ml)^2$:	11.47135 . 10^{-4}	
OGS $(ml)^2$:	80.80929 . 10^{-4}	

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 50

Übertragungsfaktoren und Streuungen der nicht primären Einflußgrößen auf die Volumenablesungen der Natronlauge-Maßlösung (NaOH) und vorgelegten Schwefelsäure-Lösung (H_2SO_4)

1) NaOH

Nicht primäre Einflußgrößen		Formeln	Anteile an der Volumenstreuung Untergrenze		Obergrenze
Tropfenvolumen	v_{Tr}	$n^{*2} \cdot \sigma^2_{v_{Tr}}$	$1^2 \cdot 0{,}2338 \cdot 10^{-8}$	ml^2	$3^2 \cdot 3{,}6101 \cdot 10^{-8}$
Tropfenanzahl	n	$v^{*2}_{Tr}\, \sigma^2_n$	$(0{,}046)^2 \cdot 0{,}211$	ml^2	$(0{,}048)^2 \cdot 0{,}809$
Temperatur ϑ	$(v^*_2)^2 \cdot (\Delta\alpha)^2 \cdot \sigma^2(\vartheta)$		$(4{,}5^2 \cdot (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1{,}52$	ml^2	$(17{,}6)^2 (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 7{,}06$
Manipulation	V_{FL00}	$1 \cdot \sigma^2(V_{FL00})$	$1 \cdot 57{,}72 \cdot 10^{-4}$	ml^2	$1 \cdot 205{,}67 \cdot 10^{-4}$
Büretten-ablesung	V_{M02}	$1 \cdot \sigma^2(V_{M02})$	$1 \cdot 11{,}47135 \cdot 10^{-4}$	ml^2	$1 \cdot 80{,}80929 \cdot 10^{-4}$

2) H_2SO_4

Temperatur ϑ	$(v^*_1)^2 \cdot (\Delta\alpha)^2 \cdot \sigma^2(\vartheta)$		$(20)^2 \cdot (2 \cdot 10^{-4})^2$	ml^2	$(26)^2 \cdot (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 7{,}06$
Büretten-ablesung	V_{M01}	$1 \cdot \sigma^2(V_{M01})$	$1 \cdot 2{,}849 \cdot 10^{-4}$	ml^2	$1 \cdot 20{,}071 \cdot 10^{-4}$

Die Streuung der Volumenablesung der Schwefelsäure wird mit den Daten aus folgenden Tabellen ermittelt:
(Tabelle 51 „Bestimmung der Streuung der Büretten-ablesung für die Schwefelsäurebürette): Die Streuung wurde hier in gleicher Weise bestimmt wie bei der Natronlaugebürette. Bei der Schwefelsäurebürette war diese Streuung signifikant kleiner als bei der Natronlaugebürette.
Bei der Schwefelsäurebürette werden die gleichen Werte von $(\Delta\alpha)^2$ und $\delta^2(\vartheta)$ benutzt wie bei der anderen Bürette; v_i ist Tabelle 47 zu entnehmen.

Die unteren und oberen Übertragungsfaktoren auf die Streuung des Volumens der Schwefelsäure und die entsprechenden unteren und oberen Grenzstreuungen der nicht primären Einflußgrößen sind in Tabelle 50 niedergelegt.
Aus dieser Tabelle erhalten wir durch Summationen die Streuungen der Volumenablesungen:

$\sigma^2_{w,u}$ 309,22.10^{-6}ml^2, $\sigma^2_{w,o}$ = 2198,00.10^{-6}ml^2
$\sigma^2_{w,u}$=7366,85.10^{-6}ml^2, $\sigma^2_{w,o}$ =30599,67.10^{-6}ml^2

Diese werden mit den entsprechenden Übertragungsfaktoren in Tabelle 47 multipliziert, um die Streuanteile an der theoretischen Gesamtstreuung zu erhalten (Tabelle 52).
Den Hauptanteil hat das Volumen der Natronlauge als Folge der Manipulationsstreuung und der Bürettenablesung.
Die in letzterer Tabelle zusätzlich aufgeführte empirische Routinestreuung überdeckt nur im unteren Streubereich das theoretische Intervall. Dagegen liegt die empirische Streuung des Verfassers mitten im theoretischen Intervall.

T a b e l l e 51

Bestimmung der Streuung der Bürettenablesung für die Schwefelsäure-Bürette durch Auswiegen von Wasser.

* Temperatur des Wassers: 20.5°C

Dichte des Wassers: 0.998126 g/ml

Lo = Meniskusstand vor Wasserentnahme

Lv = Meniskusstand nach Entnahme von je 10 ml Wasser

Nr.	Lv (ml)	Lo (ml)	G_{Lv-Lo} (g)	V_{Lv-Lo} (ml)
1 *	10	0	10.00501	10.02379
2	10	0	9.98079	9.99953
3	20	10	9.95670	9.97539
4	20	10	9.93496	9.95361
5	30	20	9.94150	9.96017
6	30	20	9.99770	10.01647
7	40	30	9.96407	9.98278
8	40	30	9.93468	9.95333
9	50	40	9.95993	9.97863
10 *	50	40	9.96872	9.98744
Summe (ml)				99.83114
Mittelwert (ml)				9.983114

SQA $(ml)^2$: $54.1923684 \cdot 10^{-4}$

Zahl der Freiheitsgrade: 9

Schätzwert der Streuung (ml^2): $6.02137427 \cdot 10^{-4}$

UGS: $2.849 \cdot 10^{-4}$ ml^2

OGS: $20.071 \cdot 10^{-4}$ ml^2

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 52

Streuanteile der theoretischen Gesamtstreuung des Stickstoffgehaltes nach Kjeldahl

Primäre Einflußgröße	Unterer Streuanteil $(g/100g)^2$	Prozentualer Anteil an der Gesamtstreuung	Oberer Streuanteil $(g/100g)^2$	Prozentualer Anteil a.d. Gesamtstreuung
Volumenablesung der Schwefelsäure v_1	$4{,}8052788.10^{-6}$	4,2	$126{,}95661862.10^{-6}$	9,2
Volumenablesung der NaOH-Maßlösung v_2	$108{,}88202142.10^{-6}$	95,8	$1251{,}52650832.10^{-6}$	90,8
Volumenstreuung ≙ theoretische Gesamtstreuung	$113{,}6873.10^{-6}(g/100g)^2$	100	$1378{,}4831.10^{-6}(g/100g)^2$	100
Empirische Routinestreuung (Tab.53)	1180.10^{-6} $(g/100g)^2$		$2066{,}10^{-6}$ $(g/100g)^2$	
Empirische Streuung des Verfassers (Tab.56)	$320{,}8.10^{-6}$ $(g/100g)^2$		$732{,}9.10^{-6}$ $(g/100g)^2$	

Der Verfasser säuberte vor jeder Analysenserie die Wasserdüse an der Büchiapparatur. Vermutlich ist dieser leicht verstopfende Wasserzulauf eine Ursache für die größere Manipulationsstreuung in der Routine.
Die Methode könnte in der Routine verbessert werden, wenn man die Natronlaugebürette durch eine geeichte Bürette ersetzen würde oder besser durch einen automatischen Titrator mit kapillarer Bürettenspitze (zur Ausschaltung des Tropfenfehlers) ersetzen würde.

In Tabelle 53 sind die Daten der empirischen Routinestreuung aufgeführt.
In Tabelle 54 sind die weiteren Parameter der Kjeldahlbestimmung variiert. Die Mittelwerte der Spalten 1 und 4 unterscheiden sich nach dem Duncan-Test von den Mittelwerten der übrigen Spalten. Danach ist zB. eine Destillationsdauer von 3 min nicht ausreichend.
Die Streuungen der Spalten 1 , 4 , der zusammengefaßten Streuung der übrigen Spalten und die Streuung in Tabelle 55 sind nach Bartlett gleich und werden in Tabelle 56 zur empirischen Streuung des Verfassers zusammengefaßt.

Tabelle 53

Streuung des Stickstoffgehaltes nach Kjeldahl, berechnet aus 99 Doppelbestimmungen

N_{1j} = 1. Bestimmung (% Stickstoff) an der j-ten Probe

N_{1j} = 2. Bestimmung (% Stickstoff) an derselben Probe

j = Laufende Nummer der Proben

$/N_{1j} - N_{2j}/$ = Absoluter Betrag der Differenz der ersten und zweiten Bestimmung an derselben, j-ten Probe

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	N_{1j}	N_{2j}	$/N_{1j}-N_{2j}/$
1	6212	9	1963	2,093	2,067	0,026
2	6286	9	1963	2,496	2,413	0,083
3	6116	9	1963	1,859	1,877	0,018
4	6554	9	1963	1,905	1,903	0,002
5	6378	9	1963	2,023	1,972	0,051
6	7136	10	1963	1,501	1,621	0,120
7	6746	10	1963	1,960	1,924	0,036
8	7462	10	1963	1,930	1,851	0,079
9	7390	10	1963	2,125	2,108	0,017
10	6938	10	1963	1,810	1,786	0,024
11	7066	10	1963	1,855	1,861	0,006
12	7156	10	1963	1,780	1,767	0,013
13	6752	10	1963	1,519	1,552	0,033
14	7730	11	1963	1,884	1,870	0,014
15	7620	11	1963	2,229	2,142	0,087
16	8011	11	1963	1,908	1,749	0,159
17	7749	11	1963	1,785	1,761	0,024
18	8083	11	1963	1,996	2,025	0,029
19	7902	11	1963	1,831	1,847	0,016
20	8062	11	1963	2,133	2,143	0,010
21	7546	11	1963	1,992	1,965	0,027
22	7547	11	1963	1,746	1,775	0,029
23	8087	11	1963	1,951	1,854	0,097
24	7903	11	1963	1,840	1,875	0,035
25	7895	11	1963	2,116	2,109	0,007
26	8345	12	1963	1,575	1,583	0,008
27	8530	12	1963	1,833	1,866	0,033
28	8529	12	1963	2,141	2,188	0,047
29	8165	12	1963	1,868	1,859	0,009
30	8528	12	1963	1,588	1,589	0,001
31	8502	12	1963	1,811	1,830	0,019
32	157	1	1964	1,678	1,667	0,011
33	623	1	1964	2,142	2,163	0,021
34	799	1	1964	2,150	2,174	0,024
35	405	1	1964	2,119	2,148	0,029
36	575	1	1964	1,850	1,814	0,036
37	404	1	1964	2,244	2,208	0,036
38	800	1	1964	2,160	2,194	0,034
39	693	1	1964	1,802	1,776	0,026
40	772	1	1964	2,262	2,225	0,037
41	801	1	1964	2,018	2,013	0,005
42	774	1	1964	1,803	1,773	0,030

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	N_{1j}	N_{2j}	$/N_{1j}-N_{2j}/$
43	224	1	1964	1,599	1,697	0,098
44	100	1	1964	1,667	1,710	0,043
45	636	1	1964	1,794	1,831	0,037
46	1505	2	1964	2,135	2,101	0,034
47	1750	2	1964	1,678	1,667	0,011
48	2144	3	1964	1,679	1,741	0,062
49	1851	3	1964	1,885	1,870	0,015
50	2374	3	1964	1,608	1,637	0,029
51	2298	3	1964	2,228	2,263	0,035
52	2158	3	1964	1,833	1,854	0,021
53	2296	3	1964	2,090	2,100	0,010
54	2576	4	1964	2,035	2,043	0,008
55	2830	4	1964	1,959	2,152	0,193
56	2572	4	1964	2,034	2,021	0,013
57	3025	4	1964	1,919	1,884	0,035
58	3093	4	1964	1,869	1,916	0,047
59	2494	4	1964	1,978	1,961	0,017
60	3240	5	1964	1,865	1,759	0,106
61	"	5	1964	1,936	1,975	0,039
62	3257	5	1964	1,946	2,048	0,102
63	3453	5	1964	1,912	1,921	0,009
64	3224	5	1964	2,099	2,133	0,034
65	3452	5	1964	1,549	1,564	0,015
66	3324	5	1964	1,378	1,576	0,198
67	3668	6	1964	2,148	2,177	0,029
68	3678	6	1964	1,947	1,963	0,016
69	3635	6	1964	2,021	2,113	0,092
70	3969	6	1964	2,096	2,029	0,067
71	3733	6	1964	2,011	2,007	0,004
72	3627	6	1964	1,718	1,740	0,022
73	3891	6	1964	1,729	1,794	0,065
74	4108	6	1964	2,088	2,107	0,019
75	4111	6	1964	2,081	2,125	0,044
76	3622	6	1964	1,693	1,731	0,038
77	4229	7	1964	1,896	1,891	0,005
78	4249	7	1964	1,750	1,809	0,059
79	4248	7	1964	2,721	2,657	0,064
80	4324	7	1964	2,473	2,589	0,116
81	4327	7	1964	1,835	1,891	0,056
82	4443	7	1964	2,257	2,284	0,027
83	4474	7	1964	1,926	1,987	0,061
84	4492	7	1964	2,316	2,273	0,043
85	4491	7	1964	2,287	2,229	0,058
86	4589	7	1964	2,395	2,308	0,087
87	4610	7	1964	2,340	2,378	0,038
88	4929	8	1964	1,921	1,960	0,039
89	7280	12	1964	2,136	2,135	0,001
90	7281	12	1964	2,034	1,993	0,041
91	7310	12	1964	2,234	2,185	0,049
92	7367	12	1964	1,879	1,928	0,049
93	7223	12	1965	1,808	1,818	0,010
94	206	1	1966	1,819	1,856	0,037
95	205	1	1966	1,783	1,872	0,089
96	1636	2	1966	1,696	1,687	0,009

Lfd. Nr.	Hauptb.Nr.	Monat	Jahr	N_{1j}	N_{2j}	$/N_{1j} - N_{2j}/$
97	2122	2	1966	1,570	1,580	0,010
98	5592	5	1966	1,885	1,887	0,002
99	6860	6	1966	1,982	1,969	0,013

SQD	$(g/100g)^2$	0,303106
SQA	"	0,151553
Schätzwert der Streuung	"	0,00153083
UGS	"	0,001180
OGS	"	0,002066

SQD = Summe der quadrierten Differenzen

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen von den Mittelwerten

UGS = Unterer Grenzwert der Streuung

OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Tabelle 54

Stickstoffbestimmungen in Abhängigkeit von Katalysatormenge, Aufschlußdauer und Destillationsdauer vom gleichen Brät, ausgeführt von derselben Person

Spalte Nr.	1	2	3	4	5	6	7
Katalysator-zusammensetzung	0.8gNa-Cu-Sulfat + 0.6 g Wieninger-Gemisch			4 g Na-Cu-Sulfat + 3 g Wieninger-Gemisch			
Aufschlußdauer (h)	2	4	8	4	4	4	2
Destillationsdauer (min)	7	7	7	3	5	7	7
Brätnummer	Stickstoff-Gehalt in g/100 g						
1	1.843	2.025	2.026	1.867	2.016	2.023	1.180
1	1.925	2.016	2.031	1.847	1.986	1.980	2.033
1	1.909	2.016	2.002	1.891	1.984	1.974	1.982
1	1.909	1.972	2.026	1.895	2.010	1.974	1.978
1	1.887	2.021	1.994	1.904	1.970	2.009	1.974
Summe	9.473	10.050	10.079	9.404	9.966	9.960	9.947
Mittel	1.895	2.010	2.016	1.881	1.993	1.992	1.989
SQ	17.951605	20.202362	20.318353	17.689220	19.865708	19.842362	19.790973
SQA x 10^{+4}	40.592	18.620	11.048	21.768	14.768	20.420	24.112
Zahl der Freiheits-grade	4	4	4	4	4	4	4
Schätzwert der Streuung $s^2 \times 10^{+4}(\%)^2$	10.148	4.655	2.762	5.442	3.692	5.105	6.028

SQ = Summe der quadrierten Einzelwerte
SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

Tabelle 55

Sorgfältige Doppelbestimmungen an 14 verschiedenen Bräten (N %)
(Katalysator-Zusammensetzung: 4 g Na-Cu-Sulfat + 3 g Wieninger-Gemisch; Aufschlußdauer: 3 Stunden; Destillationsdauer: 7 min)

Brät-Nr.	1. Bestimmung g/100 g	2. Bestimmung g/100 g	Spannweite g/100 g
2	1.775	1.775	0.000
3	1.824	1.824	0.000
4	1.658	1.656	0.002
5	1.819	1.815	0.004
6	2.539	2.534	0.005
7	2.082	2.071	0.011
8	1.918	1.903	0.015
9	2.518	2.500	0.018
10	1.866	1.845	0.021
11	2.980	2.950	0.030
12	1.937	1.907	0.030
13	2.167	2.136	0.031
14	2.470	2.436	0.034
15	2.898	2.857	0.041
Summe			0.242
Mittel			0.017
SQA		$3377 \cdot 10^{-6}$	
Zahl der Freiheitsgrade		14	
Streuung $(\%)^2$		$2.4121 \cdot 10^{-4}$	

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittelwert

Tabelle 56

Vereinigung der Schätzwerte der Streuungen aus den Tabellen 54 u. 55

Vereinigte Summen der Spalten 2, 3, 5, 6 und 7 aus Tabelle 2	50.002 %	
Vereinigte Quadratsummen der Spalten 2, 3, 5, 6 und 7 aus Tabelle 2	100.020 $(\%)^2$	
Vereinigte SQA der Spalten 2, 3, 5, 6 und 7 aus Tabelle 2	$117{,}578 \cdot 10^{-4}$ $(\%)^2$	
Vereinigte SQA der Tabellen 2 und 3	$213{,}708 \cdot 10^{-4}$ $(\%)^2$	
Gesamtzahl der Freiheitsgrade	46	
Schätzwert der gemeinsamen Streuung	$4.646 \cdot 10^{-4}$ $(\%)^2$	
UGS (und 3σ -Bereich)	$3.208 \cdot 10^{-4}$ $(\%)^2$	($\pm$ 0.054 %
OGS (und 3σ -Bereich)	$7.329 \cdot 10^{-4}$	($\pm$ 0.081 %

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom Mittel
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung

Empirische Streuungen der Methode der Fettbestimmung nach van Gulik und der Asche-Bestimmung

Die Methode der Fettbestimmung nach van Gulik wurde in der Modifikation von B.Krol und J.Meester[24] angewandt. Hierbei wurde nach Perchlorsäure/Eisessig-Aufschluß das Fett volumetrisch bestimmt.
Die Routinestreuung ist in Tabelle 57 wiedergegeben. An diesen Werten ist auffällig, daß wegen der geringen Ablesegenauigkeit häufig Meßdaten mit gleichem Zahlenwert auftreten ("ties").
Zur Aschebestimmung wurde Wurstbrät in Platinschalen im Trockenschrank von Feuchte befreit. Dann wird durch Erhitzen über einem Gasbrenner abgebrannt. Der Rückstand wird mit etwas Methanol versetzt und mit einem stempelförmigen Glasstab verrieben. Nach Abbrennen des Methanols wird im Muffelofen bei 550°C verascht. Sollte nach drei Stunden im Muffelofen die Asche nicht weiß oder rosafarben sein, dann wird die Prozedur mit dem Methanol wiederholt. Die Streuung der Methode geht aus Tabelle 58 hervor.

Tabelle 57

Routinestreuung der van Gulik-Methode, berechnet aus 122 Doppelbestimmungen

Lfd.Nr. = Laufende Nummer
HB Nr. = Hauptbuchnummer
Mon.Jahr = Monat u. Jahr der Probenahme
Kart.Nr. = Nummer in der Bockwurst-Kartei
1. = 1. Bestimmung aus der Doppelbestimmung (in % van Gulik-Fett)
2. = 2. Bestimmung
D = Differenz der 1. und 2. Bestimmung an einer Probe (in % van Gulik-Fett)
QD = Quadrierte Differenz

Lfd. Nr.	HB Nr.	Mon.Jahr	Kart.Nr.	1	2	D	QD
1	6946	11.64	443	25.0	25.2	0.2	0.04
2	4689	7.65	N 617	34.0	34.2	0.2	0.04
3	215	1.66	765	33.8	34.0	0.2	0.04
4	6924	11.64	439	17.8	18.0	0.2	0.04
5	6596	11.64	420	35.0	35.2	0.2	0.04
6	7143	11.64	454	26.8	27.0	0.2	0.04
7	5936	10.64	2N 354	38.8	39.0	0.2	0.04
8	6572	11.64	419	23.5	23.7	0.2	0.04
9	6571	11.64	418	26.3	26.5	0.2	0.04
10	6704	11.64	424	31.8	32.0	0.2	0.04
11	6105	10.64	401	30.8	31.0	0.2	0.04
12	6287	10.64	405	31.0	31.2	0.2	0.04
13	5198	9.64	385	25.5	25.7	0.2	0.04
14	7181	12.64	456	27.5	27.7	0.2	0.04
15	6104	10.64	400	15.0	15.2	0.2	0.04
16	6568	11.64	417	33.0	33.2	0.2	0.04
17	7366	12.64	463	25.3	25.5	0.2	0.04
18	6056	10.64	399	36.5	36.7	0.2	0.04
19	7365	12.64	464	25.0	25.2	0.2	0.04
20	1886	2.66	807	34.2	34.5	0.3	0.09
21	6803	11.66	433	37.5	37.8	0.3	0.09
22	5963	10.64	396	30.5	30.8	0.3	0.09
23	6450	10.64	410	32.5	32.8	0.3	0.09
24	6597	11.64	421	38.2	38.5	0.3	0.09
25	6827	11.64	434	20.2	20.5	0.3	0.09

Lfd. Nr.	HB Nr.	Mon.Jahr	Kart.Nr.	1	2	D	QD
26	6598	11.64	422	30.2	30.5	0.3	0.09
27	7140	11.64	448	25.2	25.5	0.3	0.09
28	7132	11.64	450	25.2	25.5	0.3	0.09
29	5823	10.65	N 659	34.5	34.8	0.3	0.09
30	4687	7.65	2N 563	35.2	35.5	0.3	0.09
31	4730	8.64	367	38.5	38.8	0.3	0.09
32	5824	10.65	N 660	34.2	34.5	0.3	0.09
33	6460	10.64	413	25.2	25.5	0.3	0.09
34	6925	11.64	440	22.7	23.0	0.3	0.09
35	6725	11.64	430	29.2	29.5	0.3	0.09
36	6288	10.64	406	28.7	29.0	0.3	0.09
37	5035	8.64	2N 374	30.0	30.5	0.5	0.25
38	7359	12.64	457	39.0	39.5	0.5	0.25
39	4916	8.64	374	30.0	30.5	0.5	0.25
40	6138	10.64	N 379	25.0	25.5	0.5	0.25
41	4804	8.64	371	18.0	18.5	0.5	0.25
42	7003	11.64	446	20.0	20.5	0.5	0.25
43	4929	8.64	379	19.5	20.0	0.5	0.25
44	210	1.66	762	32.5	33.0	0.5	0.25
45	6926	11.64	441	22.0	22.5	0.5	0.25
46	3205	5.65	2N 541	33.0	33.5	0.5	0.25
47	924	1.66	776	35.0	35.5	0.5	0.25
48	3267	5.65	600	33.0	33.5	0.5	0.25
49	5037	8.64	N 356	28.0	28.5	0.5	0.25
50	4928	8.64	378	22.5	23.0	0.5	0.25
51	7133	11.64	452	35.5	36.0	0.5	0.25
52	5589	5.66	863	34.5	35.0	0.5	0.25
53	4635	8.64	366	28.5	29.0	0.5	0.25
54	7183	12.64	N 433	35.0	35.5	0.5	0.25
55	3340	3.66	819	31.0	31.5	0.5	0.25
56	7281	12.64	N 427	26.5	27.0	0.5	0.25
57	6746	11.64	431	33.0	33.5	0.5	0.25
58	6174	10.64	402	29.0	29.5	0.5	0.25
59	6011	10.64	397	24.5	25.0	0.5	0.25
60	6948	11.64	445	36.5	37.0	0.5	0.25
61	7049	6.66	2N 672	33.0	33.5	0.5	0.25
62	4462	7.65	649	33.5	34.0	0.5	0.25
63	7182	12.64	N 432	36.0	36.5	0.5	0.25
64	2871	5.65	584	34.0	34.5	0.5	0.25
65	7130	11.64	447	23.0	23.5	0.5	0.25

Lfd. Nr.	HB Nr.	Mon.Jahr	Kart.Nr.	1	2	D	QD
66	6706	11.64	426	28.5	29.0	0.5	0.25
67	6459	10.64	412	24.0	24.5	0.5	0.25
68	6472	10.64	411	28.5	29.0	0.5	0.25
69	5941	10.64	392	28.0	28.5	0.5	0.25
70	6448	10.64	409	30.0	30.5	0.5	0.25
71	6422	10.64	408	23.0	23.5	0.5	0.25
72	4803	8.64	2N 315	28.5	29.0	0.5	0.25
73	5032	8.64	380	23.0	23.5	0.5	0.25
74	5033	8.64	381	29.0	29.5	0.5	0.25
75	5486	9.64	387	34.0	34.5	0.5	0.25
76	3096	5.65	585	34.0	34.5	0.5	0.25
77	6843	11.64	436	30.5	31.0	0.5	0.25
78	214	1.66	764	35.0	35.5	0.5	0.25
79	4917	8.64	375	21.0	21.5	0.5	0.25
80	4733	8.64	N 322	27.0	27.5	0.5	0.25
81	5197	9.64	384	31.3	31.8	0.5	0.25
82	4463	7.65	648	33.5	34.0	0.5	0.25
83	3341	3.66	823	33.0	33.5	0.5	0.25
84	6705	11.64	425	31.5	32.0	0.5	0.25
85	6499	10.64	415	22.0	22.5	0.5	0.25
86	6851	11.64	437	25.2	25.8	0.6	0.36
87	5962	10.64	395	24.8	25.5	0.7	0.49
88	6852	11.64	438	27.0	27.7	0.7	0.49
89	7360	12.64	459	23.0	23.8	0.8	0.64
90	7361	12.64	460	36.0	36.8	0.8	0.64
91	4277	4.66	N 672	33.7	34.5	0.8	0.64
92	6713	11.64	N 393	24.2	25.0	0.8	0.64
93	5111	8.64	N 383	30.5	31.3	0.8	0.64
94	7213	12.65	747	34.2	35.0	0.8	0.64
95	5034	8.64	382	24.0	24.8	0.8	0.64
96	4805	8.64	2N 289	36.2	37.0	0.8	0.64
97	6421	10.64	407	27.0	28.0	1.0	1.00
98	4734	8.64	369	30.5	31.5	1.0	1.00
99	438	1.65	490	36.5	37.5	1.0	1.00
100	4915	8.64	2N 287	28.5	29.5	1.0	1.00
101	5038	8.64	N 357	29.0	30.0	1.0	1.00
102	5574	5.66	862	32.0	33.0	1.0	1.00
103	7389	12.65	754	34.0	35.0	1.0	1.00
104	6239	10.64	403	33.0	34.0	1.0	1.00

Lfd. Nr.	HB Nr.	Mon.Jahr	Kart.Nr.	1	2	D	QD
105	6497	10.64	414	26.5	27.5	1.0	1.00
106	6724	11.64	429	26.5	27.5	1.0	1.00
107	7134	11.64	453	37.5	38.5	1.0	1.00
108	5278	9.64	2N 304	34.5	35.5	1.0	1.00
109	7363	12.64	461	37.0	38.0	1.0	1.00
110	6175	10.65	673	29.0	30.0	1.0	1.00
111	6802	11.64	432	30.5	31.5	1.0	1.00
112	6723	11.64	428	22.0	23.0	1.0	1.00
113	4686	7.65	2N 564	34.0	35.0	1.0	1.00
114	437	1.65	489	35.5	36.5	1.0	1.00
115	2846	5.65	577	34.0	35.2	1.2	1.44
116	6828	11.64	435	19.0	20.2	1.2	1.44
117	4818	8.65	N 637	33.7	35.0	1.3	1.69
118	5461	9.64	388	31.3	32.7	1.4	1.96
119	5199	9.64	2N 320	34.0	35.5	1.5	2.25
120	5200	9.64	2N 321	37.5	39.0	1.5	2.25
121	4736	8.64	368	28.5	30.0	1.5	2.25
122	6947	11.64	444	36.2	28.2	2.0	4.00

Zahl der Freiheitsgrade (der Proben Doppelbestimmungen) : 122

Summe der QD $(\%)^2$: 56.28

SQA $(\%)^2$: 28.14

Schätzwert der Streuung $(\%)^2$: 0.23065573

Standard-Abweichung % van Gulik-Fett: 0.4803

Unterer Grenzwert der Streuung $(\%)^2$: 0.182183

Oberer Grenzwert der Streuung $(\%)^2$: 0.301543

Unterer 3 σ -Bereich (%) van Gulik-Fett: 1.28

Oberer 3 σ -Bereich (%) van Gulik-Fett: 1.65

SQA = Summe der quadrierten Abweichungen vom arithmetischen Mittelwert

Tabelle 58

Fünfzehn Doppelbestimmungen des Aschegehaltes

A_{1j} = 1.Bestimmung (gAsche/100g) der j-ten Probe
A_{2j} = 2.Bestimmung (gAsche/100g) derselben Probe

Lfde.Nr.	Probe	A_{1j}	A_{2j}	$\lvert A_{1j}-A_{2j}\rvert$
1	OBI	2,481	2,486	0,005
2	2AI	2,740	2,796	0,029
3	8AI	3,420	3,398	0,022
4	2GI	2,480	2,442	0,038
5	8GI	2,381	2,394	0,013
6	16GI	2,124	2,112	0,012
7	2MII	2,344	2,351	0,007
8	4MII	2,432	2,463	0,031
9	6MIII	2,229	2,245	0,016
10	M	5,840	5,832	0,008
11	OBII	2,224	2,286	0,062
12	1AII	2,433	2,526	0,093
13	4AII	2,991	2,893	0,098
14	1GII	2,265	2,226	0,039
15	4GII	2,264	2,223	0,041
SQD	$(\%)^2$			0,029736
SQA	$(\%)^2$			0,014868
f				15
s^2	$(\%)^2$			0,0009912
UGS	$(\%)^2$			0,0005408
OGS	$(\%)^2$			0,0023751

SQD = Summe der quadrierten Differenzen
SQA = Summe der quadrierten Abweichungen von den Mittelwerten
f = Zahl der Freiheitsgrade
UGS = Unterer Grenzwert der Streuung
OGS = Oberer Grenzwert der Streuung
s^2 = Schätzwert der Streuung

Prüfen auf Normalverteilung

Beschreibung der Tests:

Beschreibung der Fisher'schen g-Statistiken[18]:

Es werden die Schätzwerte für die 2.Kumulante k_2,

$$k_2 = \frac{\sum_i (z_i - \bar{z})^2}{N-1} \qquad (57)$$

die 3.Kumulante k_3,

$$k_3 = \frac{N}{(N-1)(N-2)} \cdot \sum_i (z_i - \bar{z})^3 \qquad (58)$$

und die 4.Kumulante

$$k_4 = \frac{N(N+1) \sum_i (z_i - \bar{z})^4 - 3(N-1) \cdot \left(\sum_i (z_i - \bar{z})^2\right)^2}{(N-1)(N-2)(N-3)} \qquad (59)$$

mit z_i = i-ter Merkmalswert (i = 1...N)
$\bar{z}$ = arithmetischer Mittelwert =1.Kumulante
N = Stichprobenumfang gebildet.

Die Schiefe (Asymmetrie) g_1

$$g_1 = \frac{k_3}{k_2^{3/2}} \qquad (60)$$

hat die Streuung $\sigma^2_{g_1}$ (im Fall der Normalverteilung)

$$\sigma^2_{g_1} = \frac{6N(N-1)}{(N-2)(N+1)(N+3)} \qquad (61)$$

Die Wölbung (Excess) g_2

$$g_2 = \frac{k_4}{k_2^2} \qquad (62)$$

hat die Streuung $\sigma^2_{g_2}$ (im Fall der Normalverteilung)

$$\sigma^2_{g_2} = \frac{24N(N-1)}{(N-3)(N-2)(N+3)(N+5)} \qquad (63)$$

Testgrößen sind: für die Schiefe

$$u_{g_1;1-\alpha/2} = \frac{g_1}{\sigma_{g_1}} \qquad (64)$$

(u = zentrale Schwankungsintervalle der standardisierten Normalverteilung)

und für die Wölbung

$$u_{g_2;1-\alpha/2} = \frac{g_2}{\sigma_{g_2}} \qquad (65)$$

S = 1 - α/2 ist die statistische Sicherheit mit der Überschreitungswahrscheinlichkeit α/2.

Ist g/σ_g größer als ein u_g von bestimmter, statistischer Sicherheit, dann wird mit dieser Sicherheit die Hypothese H_o verworfen (die Stichprobe entstamme einer Normalverteilung). Oder mit der Überschreitungswahrscheinlichkeit α/2 besteht ein Widerspruch zu der Annahme, die Stichprobe entstamme einer Normalverteilung (Annahme der Gegenhypothese H_1).
Ist g/σ_g kleiner als ein u_g von bestimmter statistischer Sicherheit, dann wird mit dieser Sicherheit die Nullhypothese angenommen. Oder mit der Überschreitungswahrscheinlichkeit α/2 besteht kein Widerspruch zu der Annahme, die Stichprobe entstamme einer Normalverteilung.

Helmert-Pearson'scher Chiquadrat-Test:[77]
Die Nullhypothese wird verworfen für

$$\sum_{j=1}^{k} \frac{(n_j - h_j)^2}{h_j} > \chi^2_{1-\alpha;\,f=k-3} \qquad (66)$$

k = Anzahl der Klassen
f = Zahl der Freiheitsgrade
j = Laufzahl der Klassen

n_j = Besetzungszahl der j-ten Klasse in der Stichprobe

h_j = Besetzungszahl der j-ten Klasse in der Normalverteilung (Erwartungswert)

$$h_j = N \cdot \left[\phi\left(\frac{z_j - \bar{z}}{s}\right) - \phi\left(\frac{z_{j-1} - \bar{z}}{s}\right)\right] \qquad (67)$$

N = Stichprobenumfang

z_j = Untere Klassengrenze der j-ten Klasse

ϕ = Fläche unter der standardisierten Normalverteilung zwischen den Integralgrenzen $-\infty$ und $\frac{z_j - \bar{z}}{s}$

$\bar{z}$ = Mittelwert der Stichprobe

s = Schätzwert der Standardabweichung in der Stichprobe

Zur Wahl der Lage von Klassengrenzen werden drei Regeln postuliert:

Regel 1) Die Klassengrenzen liegen zentralsymmetrisch um $\bar{z}$ (die mittelste Klasse wird von $\bar{z}$ halbiert).
Die Klassenbreite ist bedingt durch die analytische Standardabweichung (nicht die Standardabweichung der Stichprobe)
Alle h_j müssen größer als 5 sein, evtl. müssen Randklassen zusammengefaßt werden.

Regel 2) Wie Regel1, jedoch in den Ausläufern der Verteilung kann h_j zwischen 1 und 5 liegen (Cochran[25])

Regel 3) Die Anzahl der Klassen k wird berechnet nach:

$$K = 4 \left[\frac{2(N-1)^2}{c^2}\right]^{\frac{1}{5}} \qquad (68)$$

(Mann und Wald[26])

N=Stichprobenumfang

c=(1-α) -ter Prozentpunkt der standardisierten Normalverteilung.

Begründung zu Regel 1)

Durch die zentralsymmetrische Lage der Klassen soll eine bessere Anpassung der Treppenkurve an die Glockenkurve erreichtwerden.

Die Klassenbreite kann aus substanzwissenschaftlichen Gründen nicht größer sein als der analytisch maximal zulässige Unterschied Δz zweier Meßwerte:

$$\Delta z = t_{1-\alpha_z;f} \cdot \sqrt{2} \cdot \sqrt{\frac{s_M^2}{N} \sum_j \frac{n_j}{j}} \qquad (69)$$

$$\Delta z = u_{1-\alpha_z} \cdot \sqrt{2} \cdot \sqrt{\frac{\sigma_M^2}{N} \cdot \sum_j \frac{n_j}{j}} \qquad (70)$$

j = j-fach-Bestimmung

n_j= Zahl der Proben mit j-fach-Bestimmung

$t_{1-\alpha_z;f}$= Studentfaktor zur statistischen Sicherheit $1-\alpha_z$ bei f Freiheitsgraden

$u_{1-\alpha_z}$ = (1-α/2)-ter Prozentpunkt der standardisierten Normalverteilung

s_M^2 = Schätzwert der Methodenstreuung

σ_M^2 = Methodenstreuung

Der Lilliefors-Test [10] (Ein-Stichproben-Test)
$F_n(Z)$ ist die empirische Verteilungsfunktion (Summenhäufigkeitsverteilung) aus n der Größe nach geordneten Stichprobenvariablen.
Im Unterschied zum Smirnow-Kolmogorow-Test setzt der Lilliefors-Test bei der empirischen Verteilung nicht die Kenntnis von μ und σ voraus, sondern man arbeitet hier mit dem Stichprobenmittel und dem Schätzwert der Streuung.
Die Stichprobe soll durch eine theoretische Verteilungsfunktion approximiert werden.
Diese Funktion sei hier die Normalverteilung.
Wenn die Abweichung zwischen den Summenhäufigkeiten der Stichprobenverteilung und der Normalverteilung F(Z) bei mindestens einem Merkmalswert

$$\Delta_n = \sup_z |F_n(z) - F(z)| > \Delta_{1-\alpha;n} \qquad (71)$$

$\Delta_{1-\alpha;n}$ = von der Sicherheit 1-α und dem Stichprobenumfang n abhängiger Tabellenwert

überschritten wird, dann wird die Normalverteilungshypothese abgelehnt.
Der Verfasser zeichnete F(Z) mit den Parametern $\bar{z}$ und s(z) als Gerade in Wahrscheinlichkeitspapier (nach A.Beckel) ein und darüber die empirische Summenhäufigkeitskurve, so daß er Δ_n graphisch ermitteln konnte.

Ergebnisse der g-Statistiken, der Chiquadrat-Tests und der Tests nach Lilliefors

Die Ergebnisse wurden aus den Daten der Listen II und III im Anhang erhalten. Die g-Werte selbst wurden mit Hilfe eines Rechenprogramms, das dem Verfasser von N.Schnelle und A.Mahling zur Verfügung gestellt worden war, berechnet. Für die beiden anderen Teste wurden die Datenkarten durch den Cardsorter geschickt und in der Größenfolge der Werte aufgelistet.

Nach den Tabellen 59/60 besteht kein Widerspruch zu der Annahme, daß die Trockenmassegehalte von Berliner Bockwürsten und Würstchen normalverteilt sind.

Beim van Gulik-Fettgehalt besteht je nach Testverfahren kein bis ein schwacher Widerspruch zur Normalverteilung .

Ein starker Widerspruch besteht jedoch beim van Gulik-Fettgehalt, wenn man Regel 3 des Chiquadrat-Testes anwendet.

Mit N=844, $c_{1-\alpha=0.05}=1{,}645$ resultiert k=56. Das entspricht einer Besetzungszahl pro Klasse von etwa 15. Nach Williams soll die so errechnete (Gl. 68) Besetzungszahl nur ein Richtwert sein, da das Optimum breit wäre.[27]

Unterwerfen wir nun die 844 van Gulik-Werte dem Mann-Wald-Verfahren[26], so stellen wir fest, daß die Klassengrenzen im Mittelteil so eng zusammenliegen, daß gelegentlich zwei Klassen zusammengefaßt werden müssen (Wegen der geringen Ablesegenauigkeit bei der van Gulik-Methode liegen häufig "ties" vor: die der Größe nach geordneten van Gulik-Daten weisen streckenweise den gleichen Zahlenwert auf). Nach dem Ergebnis in Tabelle 60 besteht ein hochsignifikanter Widerspruch zur Annahme der Normalverteilung.

Dieses Ergebnis ist dadurch zu erklären, daß die nach Mann und Wald erzielten Klassenbreiten im Hauptteil der Verteilung sehr viel kleiner sind als der auf Grund der analytischen Streuung berechnete maximale Unterschied zweier Meßwerte Δz (Gl. 70). "Ties" und Diskontinuitäten, die ihre Ursache in der geringen Ablesegenauigkeit haben, werden evident; insofern ist eine Anpassung an die Normalverteilung bei zu kleinen Klassenbreiten nicht zu erwarten.
Dieses Beispiel mit derart schmalen Klassenbreiten liefert einen negativen Beweis dafür, daß die Klassenbreite substanzwissenschaftlich begründet sein muß (vergl. Regel 1). Erst wenn die Klassenbreite aus der analytischen Methodenstreuung ermittelt wird, besteht im wesentlichen Übereinstimmung mit den übrigen Anpassungstests.
Der van Gulik-Fettgehalt in der Trockenmasse ist nach allen drei Tests nicht normalverteilt. Ebenso nicht der Aschegehalt in der Trockenmasse. Ein weiterer Quotient -Stickstoff pro Trockenmasse- bildet eine Ausnahme von der Regel[8]: nach zwei Testverfahren besteht kein Widerspruch und nach den standardisierten g-Statistiken ein stärkerer Widerspruch. Die Stickstoffgehalte sind zumindest mit 98%iger Sicherheit normalverteilt.
Wenn man feste Überschreitungswahrscheinlichkeiten vorgibt, kommt man zu Widersprüchen zwischen den Testverfahren. Man sollte erst nach Durchführung der Anpassungstests abwägen, ob die Nullhypothese noch zutrifft. Im Zweifelsfalle gebe man lediglich die statistische Sicherheit oder Überschreitungswahrscheinlichkeit an.

Tabelle 59

Ergebnisse der g-Statistiken

Bezugsgrößen: $u_{g;0,975} = 1,96$
$u_{g;0,995} = 2,58$

Zielgröße	Liste	g_1/σ_{g_1}	g_2/σ_{g_2}
Trocken-masse	III	0,206	0,341
van Gulik-fett	III	2,209	0,544
van Gulik-fett in der Trockenmasse	III	-8,029	9,155
Stickstoff	II	2,244	0,967
Stickstoff in der Trocken-masse	II	3,88	2,44
Asche	II	o,807	0,052
Asche pro Trockenmasse	II	5,67	6,57

Ergebnisse des Lilliefors-Tests

Bezugsgrößen: $\Delta_{1-\alpha;n}$ für $\alpha = 0,05; n=108$: 8,53
für $\alpha = 0,05; n=844$: 3,05

		$\Delta_{n,gefunden}$
van Gulik-Fett	III	3,0
van Gulik-fett in der Trockenmasse	III	4,5
Stickstoff	II	5,5
Stickstoff in der Trocken-masse	II	8,5

Tabelle 60

Ergebnisse des Chiquadrat-Tests

Zielgröße	Liste	Chiquadrat gefunden	Chiquadrat, Tabellanwert bei α = 0,05
Stickstoff	II	3,1	1) nach Regel 1: 12,6
Stickstoff in der Trockenmasse	II	9,6	1) nach Regel 1: 15,5
van Gulikfett	III	19,0	1) nach Regel 1: 18,3
		22,3	2) nach Regel 2: 23,7
		152	3) nach Regel 3: 82
van Gulikfett in der Trockenmasse		32	1) nach Regel 1: 9,5

		Mittelwert (%)	Streuung $(\%)^2$
Trockenmasse	III	41,780	27,820
Gulikfett pro Trockenmasse	III	67,169	48,833
Gulikfett	III	28,298	34,143
Stickstoff pro Trockenmasse	II	4,827	0,838
Asche pro Trockenmasse	II	5,120	2,114
Stickstoff	II	1,967	0,059
Asche	II	2,088	0,231

Mittelwerte und Streuungen

In Tabelle (60 , unten) werden diese beiden Parameter aus den Daten der Listen II und III (im Anhang) mitgeteilt (Die Daten in Liste I sind nicht repräsentativ, da der Extraktionsfettgehalt vorzugsweise bestimmt wurde, wenn die Gulik-Fettgehalte "zu hoch" lagen).
Die Mittelwerte und Streuungen der Gehalte in Berliner Bockwürsten und Würstchen waren compatibel mit Ausnahme der Streuung des Aschegehaltes (Bockwurst 0,158 $\%^2$, Würstchen 0,331$\%^2$).
Da Würstchen im allgemeinen dünnere Därme(Saitlinge) haben als Bockwürste, wird angenommen, daß die größere Streuung durch den wahrscheinlich größeren Mineralaustausch durch die Saitlings-Membrane beim Brühprozeß und evtl. Lagerung in Salzlake ihre Erklärung findet.
So ist die Behauptung[21] der Fleischer glaubwürdig, daß Berliner Bockwurst und Würstchen aus dem gleichen Brät hergestellt werden.

Die Regressionsanalyse eines Lebensmittels

Satz I :
In einem abgeschlossenen System ist die Masse eines Stoffes eine Linearkombination aller sich einander ausschließender, analytisch bestimmbarer Teilmassen.
Diese Version des Satzes von der Massenkonstanz wird umformuliert für die Gehalte eines Lebensmittels bestimmter Art (nicht für eine bestimmte Lebensmittelprobe):
Satz II :
Bei einem Lebensmittel bestimmter Art (zB.Bockwurst) sind die Summationsgehalte (zB. Gehalte an Trokkenmasse)

unter der Vorraussetzung abgeschlossener Systeme stochastisch gleich einer Linearkombination von allen, sich einander ausschließenden, analytisch bestimmbaren Teilgehalten (zB. Gehalte an Extraktions- oder van Gulik-Fett, Kjeldahlstickstoff und Asche).
Es liegt nahe, Satz II mit Hilfe der linearen Mehrfachregression zu formulieren. Weist diese Regression eine hochsignifikante Bestimmtheit auf, dann kann das Lebensmittel durch diese Regression beschrieben werden. Diese Beschreibung wäre insofern spezifisch, als fremde Zusätze zu einem Lebensmittel bestimmter Art seine Mehrfach-Regression bedeutsam verändern können.
Für den Summationsgehalt Trockenmasse T bei Berliner Bockwurst und Würstchen wurde folgende lineare Mehrfachregression aufgestellt:

$$T = \bar{T} + b_A (A-\bar{A}) + b_F (F-\bar{F}) + b_N (N-\bar{N}) \qquad (72)$$

A = Aschegehalt als analytische Größe für Mineralstoffe.
F = Gehalt an Methylenchlorid-Extrakt (Extraktionsfett) oder van Gulik-Fett als analytische Größe für Fett.
N = Kjeldahl-Stickstoff als analytische Größe für Eiweiß.
Die quergestrichenen Merkmale sind die arithmetischen Mittelwerte in der Stichprobe.
b_i = Regressionskoeffizient der iten Variablen
i,k = 0,1,2,3 ≙ T,A,F,N
Im Rechenprogramm nach N.Schnelle und A.Mahling werden die arithmethischen Mittelwerte $\bar{x}_i$, b_i, das totale Bestimmtheitsmaß B, die Matrix aller Produktsummen $\sum(x_i-\bar{x}_i)(x_k-\bar{x}_k)$ und die inverse Matrix mit den Elementen c_{ik}

(Multiplikatoren; siehe zB.bei R.A.Fisher[30]) ausgedruckt.
Das Bestimmtheitsmaß kann Werte annehmen zwischen $0 \leqq B \leqq 1$. Ist B=1, dann liegen sämtliche beobachteten Trockenmasse- Gehalte auf der Fläche der linearen Mehrfach-Regression; der anfangs zitierte Satz II gilt streng. Ist B=0, dann folgen die Trockenmassegehalte nicht der multiplen linearen Regression.
Es wird bei Gültigkeit des Satzes II vermutet, daß B=1 auf Grund der analytischen Streuung nicht vollständig erreicht werden kann.
Die lineare Mehrfachregression für den Trokkenmassegehalt einer Stichprobe von 108 Berliner Bockwürsten und Würstchen (Liste II, Anhang) wurde ermittelt:

$$T = 0{,}41570 + 1{,}199\,(A - 0{,}02088) + 0{,}934\,(F - 0{,}28232) + 5{,}536\,(N - 0{,}01967) \qquad (73)$$

wobei die Gehalte in g/g angegeben sind.
F steht für van Gulik-Fett.
Gl. (73) läßt sich umformen in

$$T = 1{,}796 + 1{,}199 \cdot A + 0{,}934 \cdot F + 5{,}536 \cdot N \qquad (74)$$

Die Bestimmtheit dieser linearen Mehrfach-Regression beträgt B=0,974 (97,4%). Diese Bestimmtheit ist hochsignifikant, da bei 104 Freiheitsgraden, 3 unabhängigen Variablen und mit 99,9%iger Sicherheit die Schranke, unter der B nicht von Null verschieden ist, bei B=0,15 liegt.

Die hohe Bestimmtheit deutet darauf hin, daß die Abweichung von B=1 auf Meßfehler zurückzuführen ist.
Der erste Summand in Gl. (74) wird als analytisch nicht bestimmter Rest angesehen.
Es ergeben sich die Fragen, ob

1) Dieser Rest signifikant von Null verschieden ist.
2) Die Regressionskoeffizienten für Asche und van Gulik-Fett sich bedeutsam von 1 unterscheiden.
3) Der Regressionskoeffizient für Kjeldahlstickstoff sich signifikant vom klassischen (hypothetischen) Eiweißfaktor 6,25 unterscheidet. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Tabelle 61 niedergelegt.

Zu Frage 1) Der analytisch nicht bestimmte Rest von 1,796 % ist nach dem t-Test[18] mit mehr als 99,9%iger Sicherheit von Null verschieden. Worin dieser Rest besteht, ist hier nicht weiter untersucht worden; zB. wurden Rohfaser und Stärke aus Gewürzen nicht für die Regression analytisch erfaßt.

Zu Frage 2) Der hypothetische Aschefaktor 1 unterscheidet sich nach dem F- Test[18] nicht vom betreffenden Regressionskoeffizienten. Dagegen unterscheidet sich der Regressionskoeffizient 0,934 des van Gulik-Fettes mit mehr als 99,5 %iger Sicherheit von 1. Dieser Effekt wird so interpretiert, daß mit der van Gulik-Methode (Aufschlußverfahren) "zu viel" Fett gefunden wird.

Zu Frage 3) Mit 95%iger Sicherheit ist kein Unterschied zum klassischen Stickstoffaktor 6,25 nachweisbar. Die Streubereiche der Regressionskoeffizienten berechnen sich nach:

$$|b_i - b_i^*| = t \cdot s \cdot \sqrt{c_{ii}} \qquad (75)$$

Tabelle 61

Berechneter und hypothetischer Regressionskoeffizient
(n = 108, van Gulik - Fett)

Die Mehrfachregression $T = a_o + b_A A + b_F F + b_N N$ lautet bei einer Stichprobe von 108 Bockwürsten und Würstchen.....: $T = 1{,}7958206 + 1{,}1992994 A + 0{,}93440814 \cdot F + 5{,}5363226 \cdot N$

T = Trockenmassegehalt (%) N = Kjeldahl-Stickstoffgehalt (%)

A = Aschegehalt (%) b_i = Regressionskoeffizient der i-ten Variablen

F = van Gulik Fettgehalt (%) a_o = Analytisch nicht bestimmter Rest

b_i^* , a_o^* = Hypothetischer Regressionskoeffizient, hypothetischer Rest

$s^2 = \frac{S_{TT}(1-B)}{n-p-1}$ = Streuung der Trockenmassegehalte um die Regression = 0,93417799(%)^2

$S_{TT} = \sum_{\nu=1}^{\nu=108} (T-\bar{T})^2$ = Produktsumme der Trockenmasse = 0,36882316 · 10^4(%)^2

B = Bestimmtheit der Trockenmasseregression = 0,97365824

p = Zahl der Variablen, ν = n - p - 1 = Zahl der Freiheitsgrade = 104

C_{ii} = Multiplikatoren

Variable	b	b^*	C_{ii}	ii=AA =FF =NN	g/g	$F=(b_i-b_i^*)^2/c_{ii}s^2$	$F_\alpha=0.05, \nu_1=1, \nu_2=104$	Widerspruch z. Gleichheit v. b u. b^*
A	1,1992994	1,0	$0{,}54365035 \cdot 10^3$			0,782	3,93	Nein
F	0,93440814	1,0	$0{,}24696027 \cdot 10^1$			18,648	3,93	Ja
N	5,5363226	6,25	$0{,}21748252 \cdot 10^4$			2,507	3,93	Nein
	a_o (%)	a_o^*(%)	$\sqrt{n} = \sqrt{108}$			$t = (a_o - a_o^*)\sqrt{n}/s$	$t_\alpha=0.05, \nu=104$	Widerspruch z. Gleichheit v. a_o u. a_o^*
Rest	1,79585206	0	10,39230484			19,309	1,983	Ja

a) 95%-Bereich:

$$\Delta b = 1{,}983 \cdot 0{,}9665\,29 \cdot 0{,}4\,6635 = 0{,}894 \qquad (76)$$

b) 90%-Bereich

$$\Delta b = 1{,}660 \cdot s \cdot \sqrt{c_{NN}} = 0{,}748 \qquad (77)$$

c) 80%-Bereich

$$\Delta b = 1{,}290 \cdot s \cdot \sqrt{c_{NN}} = 0{,}581 \qquad (78)$$

Die entsprechenden Obergrenzen des Regressionskoeffizienten für Stickstoff b_N =5,536 sind:
a) 6,43 b) 6,28 c) 6,12
Danach liegt der klassische Stickstoffaktor an der Obergrenze des 90%-Streubereichs vom gefundenen Regressionskoeffizienten.
In gleicher Weise wird die Regression einer Stichprobe von 28 Bockwürsten und Würstchen untersucht (Tabelle 62) (Liste I)

$$T = 0{,}55823 + 1{,}152\,A + 1{,}003\,F + 5{,}393\,N \qquad (79)$$

F = hier: Extraktionsfett
Die Bestimmtheit dieser Regression beträgt 99,5 % !
Im Unterschied zu der vorhergehenden Regression (van Gulik-Fett) unterscheidet sich der Regressionskoeffizient des Extraktionsfettgehaltes nicht von 1. Der klassische Stickstoffaktor liegt in der Nähe der Obergrenze des 90%-Streubereichs vom gefundenen Regressionskoeffizienten 5,393. Bei der"Bockwurst-Matrix" erscheint der klassische Umrechnungsfaktor von Kjeldahl-Stickstoff auf "Eiweiß" als oberer Grenzwert.

In einem wenig beachteten Vortrag [29] vertrat S.Rudischer die Ansicht (auf Grund eiweißanalytischer Überlegungen), daß die Kjeldahlmethode in Fleischprodukten einen um ca.10%* zu hohen Eiweißgehalt ergibt. Diese Ansicht besagt letzlich das gleiche.

*Relativ%

Tabelle 62

Berechneter und hypothetischer Regressionskoeffizient

(n = 28, Extraktions-Fett)

Die Mehrfachregression $T = a_o + b_A A + b_F F + b_N N$ lautet bei einer Stichprobe von 28 Bockwürsten und Würstchen.....: $T = 0{,}55823 + 1{,}152\ A + 1{,}003\ F + 5{,}393\ N$

T = Trockenmassegehalt (%) — N = Kjeldahlstickstoffgehalt (%)

A = Aschegehalt (%) — b_i = Regressionskoeffizient der i-ten Variablen

F = Extraktions-Fettgehalt (%) — a_o = Analytisch nicht bestimmter Rest

b_i^*, a_o^* = Hypothetischer Regressionskoeffizient, hypothetischer Rest

$s^2 = \frac{S_{TT}\,(1-B)}{n-p-1}$ = Streuung der Trockenmassegehalte um die Regression = 0,32622750 (%)²

$S_{TT} = \sum_1^{28} (T-\bar{T})^2$ = Produktsumme der Trockenmasse = $0{,}14813371 \cdot 10^4$ (%)²

B = Bestimmtheit der Trockenmassenregression = 0,99471383

p = Zahl der Variablen — $\nu = n - p - 1$ = Zahl der Freiheitsgrade = 24

C_{ii} = Multiplikatoren

Variable	b	b^*	C_{ii} [ii = AA, FF, NN]	$F = (b_i - b_i^*)^2 / c_{ii}$	$F_\alpha = 0.05$ $\nu_1 = 1$ $\nu_2 = 24$	Widerspruch zur Gleichheit v.b.u.b^*
A	1,1520423	1,0	$0{,}36478066 \cdot 10^4$	0,194	4,26	Nein
F	1,0026083	1,0	$0{,}78767227 \cdot 10^1$	0,026	4,26	Nein
N	5,3934505	6,25	$0{,}64764839 \cdot 10^4$	3,473	4,26	Nein
	a_o (%)	a_o^* (%)	$\sqrt{n} = \sqrt{28}$	$t = (a_o - a_o^*)\sqrt{n}/s$	$t_\alpha = 0.05, \nu = 24$	Widerspruch zur Gleichheit v. a_o u. a_o^*
Rest	0,55823	0	5,291503	5,172	2,064	Ja

Die partielle Korrelation innerhalb der Trockenmassen-Regression

In einer linearen Mehrfachregression soll der Zusammenhang zwischen zwei Variablen (x_i und x_j) unter Ausschaltung des Einflusses der übrigen Variablen (x_k und x_l) geprüft werden. Ein Maß für diesen Zusammenhang ist der partielle Korrelationskoeffizient $r_{ij.kl}$

Der Korrelationskoeffizient kann Werte zwischen

$$-1 \leq r_{ij.kl} \leq +1 \qquad \text{(Gl.80)}$$

annehmen, entsprechend einem streng negativen, keinem oder einem streng positiven, linearen Zusammenhang zwischen x_i und x_j .

Die (in diesem Falle partielle) Bestimmtheit als quadrierter Korrelationskoeffizient liegt zwischen

$$0 \leq r^2_{ij.kl} \leq 1 \qquad \text{(Gl.81)}$$

Der partielle Korrelationskoeffizient wird berechnet nach

$$r_{ij.kl} = \frac{\begin{vmatrix} s_{ij} & s_{kj} & s_{lj} \\ s_{ik} & s_{kk} & s_{lk} \\ s_{il} & s_{kl} & s_{ll} \end{vmatrix}}{\sqrt{\begin{vmatrix} s_{ii} & s_{ki} & s_{li} \\ s_{ik} & s_{kk} & s_{lk} \\ s_{il} & s_{kl} & s_{ll} \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} s_{jj} & s_{kj} & s_{lj} \\ s_{jk} & s_{kk} & s_{lk} \\ s_{jl} & s_{kl} & s_{ll} \end{vmatrix}}} \qquad \text{(Gl.82)}$$

$$= \frac{D_b}{\sqrt{D_a \cdot D_b}} \qquad \text{(Gl.83)}$$

wobei S_{ij} etc. die Produktsummen der entsprechend indizierten Variablen, z.B. $\sum_{1}^{n} (x_i - \bar{x}_i)(x_j - \bar{x}_j)$, darstellen.

Die Formel für den partiellen Regressionskoeffizienten lautet:

$$b_{ij.kl} = r_{ij.kl} \sqrt{\frac{D_o}{D_h}} \qquad (\text{Gl. } 84)$$

Aus den Produktsummen von 108 Bockwürsten und Würstchen wurden mit Hilfe vorstehender Gleichungen

der partielle Korrelationskoeffizient,
die partielle Bestimmtheit,
der partielle Regressionskoeffizient

berechnet (s. Tabelle 63).
Danach zeigen:

1) van Gulik-Fett und Kjeldahlstickstoff negative Abhängigkeit mit 15 %iger Bestimmtheit

2) van Gulik-Fett und Trockenmasse positive Abhängigkeit mit 97 %iger Bestimmtheit

3) Kjeldahlstickstoff und Trockenmasse positive Abhängigkeit mit 59 %iger Bestimmtheit

4) Asche und Trockenmasse positive Abhängigkeit mit 21 %iger Bestimmtheit

5) Asche und van Gulik-Fett negative Abhängigkeit mit 21 %iger Bestimmtheit

6) Asche und Kjeldahl-Stickstoff negative Abhängigkeit mit 0,5 %iger Bestimmtheit.

Die partielle Bestimmtheit ist bei vorstehenden Beziehungen 1) - 5) signifikant, da bei 104 Freiheitsgraden, 3 unabhängigen Variablen und mit 99,9 %iger Sicherheit die Schranke, unter der B nicht von Null verschieden ist, bei B = 0,15 liegt. Demnach sind Asche und

Kjeldahlstickstoff nicht miteinander korreliert (Beziehung 6).
Die positive Korrelation einer Variablen mit Trockenmasse bedeutet aber eine negative Korrelation mit Wasser im Wurstbrät.
Aus Beziehung 2 und 3 folgt:

a) Mit steigendem Fettgehalt sinkt der Wassergehalt.
b) Mit steigendem Eiweißgehalt sinkt d er Wassergehalt.

Negative Korrelationen bedeuten, daß sich im Lebensmittel die beiden Variablen gegenseitig ersetzen:

I) Fett ersetzt Wasser
II) Eiweiß ersetzt Wasser
III) Fett ersetzt Eiweiß (Beziehung 1)

Wenn Fleischer wegen zu hohen Fettgehaltes in Brühwürsten angeklagt werden,verteidigen sie sich oftmals mit dem Argument, sie hätten billigeres Wasser durch teures Fett ersetzt (I) Die obige Korrelation bestätigt diese Aussage; gleichzeitig wird aber der Eiweißgehalt mit wachsendem Fettgehalt kleiner , wenn auch diese Korrelation (III) schwächer ist.

Tabelle 63

Partielle Regression

bei der Mehrfachregression $T = \bar{T} + b_1(A - \bar{A}) + b_2 (F - \bar{F}) + b_3 (N - \bar{N})$
von 108 Bockwürsten und Würstchen, berechnet mit den Produktsummen (von z.B. der Art

$$S_{AF} = \sum_{1}^{108}(A_i - \bar{A})F_i - \bar{F}))$$

Gehalte der Variablen X (T,A,F,N) [g/g], $\bar{X}$ sind die arithmetischen Mittelwerte

Tabelle

der Produktsummen

Variable	A = Aschegehalt	F = Gehalt an Gulikfett	N = Gehalt an Stickstoff	T = Gehalt an Trockenmasse
A	0,00247537	s.S_{FA}	s.S_{NA}	s.S_{TA}
F	- 0,00315527	0,41994296	s.S_{NF}	s.S_{TF}
N	0,00063576	- 0,00308945	0,00063558	s.S_{TN}
T	0,00354020	0,37150983	0,00139445	0,36882316

Tabelle

der Kennzahlen der partiellen Regression

Teil-Regression	partieller Korrelationskoeffizient	Teilbestimmtheit	partieller Regressionskoeffizient
F=f(N)	- 0,38253401	0,14633227*	- 2,90622159
F=f(T)	+ 0,98653696	0,97325517*	+ 1,04157375
N=f(T)	+ 0,76937963	0,59194502*	+ 0,10691993
A=f(T)	+ 0,46264002	0,21403579*	+ 0,17846624
A=f(F)	- 0,45674340	0,20861453*	- 0,16687649
A=f(N)	- 0,07294190	0,00532052**	- 0,20247526

* von 0 mit 99,9%iger Sicherheit signifikant verschieden
** von 0 mit 99,9%iger Sicherheit zufällig verschieden

Die Feststellung fremder Zusätze

Die Regression des Summationsgehaltes Trockenmasse T lautet:

$T = \hat{T} + f_A A + f_F F + f_N N$ (Gl. 85)

$\hat{T} = \bar{T} - f_A A - f_F F - f_N N$ (Gl. 86)

$\bar{T}$ = arithmetisches Mittel des Trockenmassegehaltes

$\bar{A}$ = " " " Aschegehaltes

$\bar{F}$ = " " " Extraktionsfett-Gehaltes

$\bar{N}$ = " " " Kjeldahlstickstoff-Gehaltes

$f_{A,F,N}$ = Übertragungsfaktoren für die Gehalte der Bestandteile auf den Summationsgehalt T

Diese Regressionsbeziehung hat die allgemeine Form:

$S_{jj} = \hat{S}_j + \sum_i f_{ij} B_{ij}$ (Gl. 87)

S_{jj} = Summationsgehalt der j-ten Komponenten, berechnet aus den Gehalten der i Bestandteile der j-ten Komponente(B_{ij})

Gehalt des Bestandteils = Gehalt des analytisch bestimmbaren Merkmals, zB. Aschegehalt

Komponente = a) Grundkomponente : Bockwurst-Brät
b) Zusatzkomponente: Agar Agar, Gelatine, aufgeschlossenes Milcheiweiß.

Folgende Hypothese soll mathematisch und experimentell überprüft werden:
Sollte bei einem Bockwurst-Brät der direkt bestimmte Trockenmasse-Gehalt von dem - nach der Trockenmasse-Regression von Bockwurst - berechneten Trockenmasse-Gehalt signifikant abweichen, dann wäre ein Widerspruch zu der Annahme gegeben, daß diese Probe zur Grundgesamtheit(Bockwurst) gehört. Mit anderen Worten: Es besteht der Verdacht, daß das Bockwurst-Brät fremde Zusätze enthält.
Die mathematische Überprüfung soll die Gültigkeit für jedes Lebensmittel zeigen.

$$S_z = \sum_j S_{jj} p_j \qquad \text{mit } p_j = \frac{m_j}{\sum_j m_j} \text{ und } \sum_j p_j = 1 \qquad \text{(Gl. 88)}$$

S_z = Summationsgehalt in einer Mischung aus Komponenten
S_{jj} = Summationsgehalt der j-ten Komponente
p_j = Anteil der j-ten Komponente an der Mischung
m_j = Menge der j-ten Komponente

$$S_{rz} = \hat{S}_r + \sum_i f_{ir} B_{iz} \qquad \text{(Gl. 89)}$$

S_{rz} = Summationsgehalt der r-ten Komponente, berechnet aus den Bestandteilen der Mischung z mit der Regressionsgleichung für die r-te Komponente

$$B_{iz} = \sum_j B_{ij} \cdot p_j \qquad \text{(Gl. 90)}$$

$$S_{rz} = \hat{S}_r + \sum_i f_{ir} \sum_j B_{ij} p_j = \sum_j p_j \hat{S}_r + \sum_j p_j \sum_i f_{ir} B_{ij}$$

$$= \sum_j p_j (\hat{S}_r + \sum_i f_{ir} B_{ij})$$

$$= \sum_j S_{rj} p_j \qquad \text{(Gl. 91)}$$

$$S_z - S_{rz} = \sum_j S_{jj} p_j - \sum_j S_{rj} p_j$$

$$= \sum_j (S_{jj} - S_{rj}) \cdot p_j \qquad \text{(Gl. 92)}$$

Im Falle zweier Komponenten, wobei für die erste Komponente die Regressionsgleichung bekannt ist, folgt aus

$$S_z - S_{rz} = S_z - S_{1z} = (S_{11} - S_{11}) p_1 + (S_{22} - S_{12}) p_2$$
$$= (S_{22} - S_{12})\, p_2 \qquad \text{(Gl. 93)},$$

da $(S_{11} - S_{11}) = \dot{0}$ im Sinne dieser funktionalen Ableitung.

Die Differenz von experimentell gefundenem Summationsgehalt inder Mischung S_z und dem mit der Regressionsgleichung für die erste Komponente (hier: Normbrät von Bockwurst) aus den Mischungsbestandteilen berechneten Summationsgehalt S_{rz} ist gleich dem Produkt aus dem Anteil p_z der zweiten Komponente in der Mischung und der Differenz mit dem Summationsgehalt der zweiten Komponente (experimentell bestimmt) als Minuend und dem Summationsgehalt dieser Komponente (berechnet mit dem Regression für die erste Komponente) als Subtrahend.
Die "Differenz" $S_z - S_{rz}$ ist direkt proportional dem Anteil der zweiten Komponente.
Die Kurve geht durch den Nullpunkt und den Koordinatenpunkt $(p = 1, S_{12} - S_{12})$.
Überschreitet die "Differenz" $S_z - S_{rz}$ bei einer Bockwurstprobe (oder Würstchenprobe) die Schranke

$$S_z - S_{rz} \rangle t_{(l-p_r-1,1-\frac{\alpha}{2})}\, s, \qquad \text{(Gl. 94)}$$

dann wäre der Verdacht gegeben, daß diese Probe mindestens eine Zusatzkomponente enthält.

- t = Studentfaktor
- l = Zahl der Proben, die der Regression der Grundkomponente r zugrunde liegen.
- p_r = Anzahl der unabhängigen Variablen in der Regression
- α = Überschreitungswahrscheinlichkeit
- s = Standardabweichung der beobachteten Werte um die Regression. s mußte aus dem Bestimmtheitsmaß B_r und der Summe der quadrierten Abweichungen $\sum_{i=1}^{l} (S_{i,r} - \bar{S}_{r,r})^2$ berechnet werden, weil das Rechenprogramm s nicht unmittelbar ausdruckte.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{l} (S_{krr} - \bar{S}_{rr})^2 \cdot (1 - B_r)}{1 - p_r - 1}} \qquad \text{(Gl. 95)}$$

S_{krr} = Summationsgehalt der k-ten Probe der Grundkomponente

$\bar{S}_{rr}$ = Mittelwert vorstehender Summationsgehalte

B_r = Bestimmtheit der Regression der Grundkomponente.

Um die "Differenz" $S_z - S_{rz}$ experimentell zu überprüfen, wurden die Bockwurstbräte BI...III und die Zusatzkomponenten Agar Agar (A.), Gelatine (G.) und aufgeschlossenes Milcheiweiß (M.) für sich analysiert, gemischt und ihre Mischungen analysiert (Tabelle 64). Ferner wurden die Gehalte der Bestandteile in Mischungen gemäß Gl. 88 aus den Analysendaten der Komponenten berechnet (Tabelle 65). Die jeweiligen "Differenzen" sind in den rechten Spalten aufgeführt. Nach Gl. 93 berechnen sich die "Differenzen" aus den Analysenwerten der Zusatzkomponenten (vergl. Tabelle 64) zu:

$S_z - S_{rz} = 66{,}603 \cdot p_{A.}$ bei AgarAgar (Gl. 96)

$S_z - S_{rz} = 1{,}722 \cdot p_{G.}$ bei Gelatine (Gl. 97)

$S_z - S_{rz} = 12{,}990 \cdot p_{M.}$ bei aufgeschlossenem Milcheiweiß (Gl. 98)

Setzen wir die "Differenz" gleich

$$t_{(20-3-1;\,1-0{,}025)} \cdot s = 1{,}179\ \%,$$

dann ergeben sich die Anteile der Komponenten, bei denen die Schranke der "Differenz" liegt:

$p_{A.} = 1{,}8\ \%$

$p_{G.} = 68{,}5\ \%$

$p_{M.} = 9{,}1\ \%$

Tabelle 64

Die Differenz zwischen gefundener und nach der Regression berechneter Trockenmasse bei Mischung der Komponenten (experimentelle Mischung)

Komponente(n)	Asche-Gehalt %	x	Extraktions-Fett-Gehalt %	x	Stickstoff-Gehalt %	x	Trocken-masse-Geh.%, gefunden	x	Trocken-mass.Geh.% berechnet	Differ. %
Brät I (BI)	2,484	d	25,607	d	1,904	d	40,625	d	39,372	1,253
Brät II(BII)	2,255	d	25,693	d	1,910	d	39,938	d	39,227	0,711
Brät III(BIII)	1,968	e	28,870	d	1,775	e	42,030	d	41,355	0,675
Agar Agar (A.)	17,599	e	0,007	e	0,062	d	87,777	d	21,174	66,603
Gelatine (G.)	1,149	e	0,005	e	15,711	e	88,338	d	86,616	1,722
Milcheiweiß (M.)	5,818	d	0,369	d	13,550	e	93,696	q	80.706	12,990
1 T.G.+99 T.BII	2,246	d	24,919	d	2,076	d	40,126	d	39,335	0,791
2 T.G.+98 T.BI	2,461	d	24,953	d	2,158	d	41,550	d	40,059	1,491
4 T.G.+96 T.BII	2,244	d	23,878	d	2,540	t	41,572	d	40,791	0,781
4 T.G.+96 T.BIII	1,931	e	27,102	e	2,365	d	43,483	e	42,720	0,763
8 T.G.+92 T.BI	2,388	d	23,116	d	3,072	d	44,143	d	43,062	1,081
16 T.G.+84 T.BII	2,118	d	20,748	d	4,147	d	48,186	d	46,173	2,013
1 T.A.+99 T.BII	2,484	d	24,516	d	1,922	d	38,638	d	38,375	1,263
2 T.A.+98 T.BI	2,754	d	25,884	d	1,867	d	42,183	d	39,761	2,422

Fortsetzung der Tabelle auf der nächsten Seite

Tabelle 64
(Fortsetzung)

Komponente(n)	Asche-Gehalt %	x	Extraktions-Fett-Gehalt %	x	Stick-stoffg. %	x	Trocken-masse-Geh.% gefunden	x	Trocken-mass.Geh.% berechnet	Differenz
4 T.A.+96 T.BII	2,942	d	24,003	d	1,824	d	41,836	d	37,859	3,977
8 T.A.+92 T.BI	3,409	d	23,322	d	1,708	e	43,824	d	37,089	6,735
2 T.M.+98 T.BII	2,348	d	24,921	d	2,152	d	40,948	d	39,865	1,083
4 T.M.+96 T.BII	2,448	d	24,429	d	2,426	t	42,096	d	40,964	1,132
6 T.M.+94.T.BIII	2,237	d	26,256	d	2,509	d	45,050	d	43,001	2,049
8 T.M.+92 T.BII	2,534	d	22,912	d	2,878	d	44,382	d	41,979	2,403

T. = Teil(e)
x = e, d, t, q = Einfach-, Doppel-, Dreifach-, Vierfach-Bestimmung
Bockwurst-Regression = T = 0,55823 + 1,152 · A + 1,003 · F + 5,393 N
T = Gehalt an Trockenmasse % (S_{1z}), berechnet aus
A = Aschegehalt %
F = Extraktionsfettgehalt %
N = Kjeldahlstickstoff-Gehalt %
einer Komponente oder der Grundkomponente mit Zusatzkomponente (experimentelle Mischung)

$t_{(1-p-1,1-\alpha/2)} \cdot s$ = Schranke der „Differenz" (s. Tabelle 65)

$t_{(24,0.975)} \cdot s$ = 1,179%

$t_{(24,0995)} \cdot s$ = 1,598%

Tabelle 65

Die Differenz zwischen: aus Komponenten berechnetem Trockenmasse-Gehalt (1) und nach der Regression berechnetem Trockenmasse-Gehalt (2) (die Gehalte der Bestandteile sind aus den Komponenten berechnet)

Komponenten	Asche-gehalt %	Extraktions-Fett-Gehalt %	Kjeldahl-Stickstoff-Gehalt %	Trockenmasse-Gehalt (1) %	Trockenmasse-Gehalt (2) %	Differenz %
1 T.G.+99 T.BII	2,244	25,436	2,048	40,422	39,700	0,722
2 T.G.+98 T.BI	2,457	25,095	2,180	41,579	40,316	1,263
4 T.G.+96 T.BII	2,211	24,665	2,462	41,874	41,122	0,752
4 T.G.+96 T.B.III	1,935	27,715	2,332	43,882	43,162	0,720
8 T.G.+92 T.BI	2,377	23,559	3,009	44,442	43,154	1,288
16 T.G.+84 T.BII	2,078	21,583	4,118	47,682	46,808	0,874
1 T.A.+99 T.BII	2,408	25,436	1,892	40,416	39,048	1,368
2 T.A.+98 T.BI	2,786	25,095	1,867	41,568	39,007	2,561
4 T.A.+96 T.BII	2,869	24,666	1,836	41,852	38,505	3,347
8 T.A.+92 T.BI	3,693	23,559	1,757	44,397	37,918	6,479
2 T.M.+98 T.BII	2,326	25,187	2,143	41,013	40,058	0,955
4 T.M.+96 T.BII	2,398	24,680	2,376	42,088	40,889	1,199

Fortsetzung der Tabelle auf der nächsten Seite

Tabelle 65
(Fortsetzung)

Komponenten	Aschegehalt %	Extraktions-Fett-Gehalt %	Kjeldahl-Stickstoff-Gehalt %	Trockenmasse-Gehalt % (1)	Trockenmasse-Gehalt % (2)	Differenz
6 T.M.+ 94 T.BIII	2,199	27,160	2,482	45,130	43,718	1,412
8 T.M.+ 92 T.BII	2.540	23,667	2,841	44,239	42,544	1,695

T. = Teil(e)
BI = Bockwurstbrät I (s. Tabelle 64)
BII = Bockwurstbrät II (s. Tabelle ")
BIII = BockwurstbrätIII (s. Tabelle ")
A. = Agar Agar (s. Tabelle ")
G. = Gelatine (s. Tabelle ")
M. = aufgeschlossenes Milcheiweiß (s. Tabelle ")
Bockwurst-Regression (s. Tabelle ")

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{l} (T_k - \bar{T}_k)^2 \cdot (1 - B)}{l - p - 1}}$$

$t_{(l-p-1,1-\frac{\alpha}{2})} \cdot s$ = Schranke der „Differenz"

$t_{(24,0.975} \cdot s = 1{,}179\%$

$t_{(24,0.995)} \cdot s = 1{,}598\%$

l = Zahl der Proben, die der Bockwurst-Regression zugrunde liegen = 28
T_k = Trockenmassegehalt der k-ten Probe
$\bar{T}_k$ = Mittelwert vorstehender Trockenmassegehalte = 0,46898 g/g
$(T_k - \bar{T}_k)^2$ = 0,14813371 $(g/g)^2$
B = Bestimmtheit der Bockwurst-Regression = 0,99471383
p = Anzahl der unabhängigen Variablen in der Bockwurst-Regression = 3
t = Studentfaktor
α = Überschreitungswahrscheinlichkeit

B

In den Tabellen 64 und 65 wird die "Differenz"-Schranke schon bei kleineren Prozentsätzen an Zusatzkomponenten überschritten. Fremde Zusätze sind eher erkennbar, als dies nach der vorstehenden Theorie sein dürfte. Auffällig ist, daß die verwendeten Bockwurst-Bräte (insbesondere Brät I in Tabelle 64) positive "Differenzen" aufweisen, während $(S_{11} - S_{11})$ Null sein muß.
Um dieses Problem allgemein zu lösen, nehmen wir an, das Experimentierbrät sei nicht das Normbrät (Brät gemäß der Bockwurst-Regression). Das Experimentierbrät enthalte eine unbekannte Komponente 3. Ein Zusatz an Rezepturkomponente 2 sei noch nicht erfolgt ($p_2^* = 0$).

Da $(S_{11} - S_{11}) = 0$ und $p_2^* = 0$

ist $S_3^* - S_{12}^* = (S_{33} - S_{13}) \cdot p_3^*$ (Gl. 99)

Da $p_2^* = 0$ $p_1^* + p_3^* = 1$ (Gl. 100)

Bei einem Experimentierbrät mit Zusatz an Rezepturkomponente 2 (Agar Agar, Gelatine oder aufgeschlossnem Milcheiweiß) hat die "Differenz" die Form

$S_2 - S_{12} = (S_{22} - S_{12}) \cdot p_2 + (S_{33} - S_{13}) \cdot p_3$ (Gl. 101)
$p_1 + p_2 + p_3 = 1$ (Gl. 102)

Da die Summationsgehalte S_{33} und S_{13} nicht bekannt sind und $p_3^* \neq p_3$, wird zur Lösung von Gl. 99 folgender Vergleich angestellt:
Aus Gl. 100 folgt

$(1 - p_2) \cdot p_1^* + (1 - p_2) \cdot p_3^* = (1 - p_2) \cdot 1$ oder

$$(1 - p_2)\cdot p_1^* + p_2 + (1 - p_2)\cdot p_3^* = 1 \qquad \text{(Gl. 103)}$$

Aus dem Vergleich mit Gl. 102

$$p_1 + p_2 + p_3 = 1$$

ergibt sich der "verdünnte" Anteil an unbekannter Komponente 3

$$p_3 = (1 - p_2)\cdot p_3^* \qquad \text{(Gl. 104)}$$

Aus Gl. 102 folgt

$$(1 - p_2) = p_1 + p_3 = p_B \qquad \text{(Gl. 105)}$$

und mit Gl. 104

$$p_3 = p_3^* \cdot p_B \qquad \text{(Gl. 106)}$$

p_B ist der Anteil an Experimentierbrät in Mischung mit der Rezepturkomponente 2.

Aus den Gleichungen 101, 106, 99 resultiert

$$\begin{aligned} S_i - S_{i1} &= (S_{12} - S_{i2})\cdot p_2 + (S_{33} - S_{i3})\cdot p_3 \\ &= (S_{i2} - S_{i2})\cdot p_2 + (S_{33} - S_{i3})\cdot p_3^* \cdot p_B \\ &= (S_{22} - S_{i2})\cdot p_2 + (S_i^* - S_{i2}^*)\cdot p_B \end{aligned}$$

$$S_i - S_{i2} - (S_i^* - S_{i2}^*)\cdot p_B = (S_{22} - S_{i2})\cdot p_2 \qquad \text{(Gl. 107)}$$

Die Zahlenwerte der linken Seite ("bereinigte Differenzen" $S_i - S_{i2} - (S_i^* - S_{i2}^*)\cdot p_B$) und der rechten Seite (berechnet aus den Tabellen 64, 65 und Gleichung 107) sind aus Tabelle 66 zu ersehen.

Danach sind die Werte in der rechten Spalte $(S_{22} - S_{i2})\cdot p_2$ nahezu identisch mit den "bereinigten Differenzen", berechnet aus Tabelle 65. Die Gehalte in der Mischung sind in letzterer Tabelle aus den Analysendaten der Rezepturkomponenten berechnet.

Tabelle 66

Die „bereinigte Differenz" $S_z - S_{1z} - (S_z^* - S_{1z}^*) \cdot p_B$ der Mischung des Experimentierbrätes mit der Zusatzkomponente 2

Komponenten	bereinigte Differenz ber. aus Tabelle 64	bereinigte Differenz ber. aus Tabelle 65	$(S_{22} - S_{12}) \cdot p_2$
1 T.G. + 99T.BII	0,087	0,018	0,017
2 T.G. + 98T.BI	0,263	0,035	0,034
4 T.G. + 96T.BII	0,098	0,069	0,069
4 T.G. + 96T.BIII	0,115	0,072	0,069
8 T.G. + 92T.BI	0,072	0,135	0,138
16 T.G. + 84T.BII	1,416	0,277	0,276
1 T.A. + 99T.BII	0,559	0,664	0,666
2 T.A. + 98T.BI	1,194	1,333	1,332
4 T.A. + 96T.BII	3,294	2,664	2,664
8 T.A. + 92T.BI	5,582	5,326	5,328
2 T.M. + 98T.BII	0,386	0,258	0,260
4 T.M. + 96T.BII	0,449	0,516	0,520

Fortsetzung der Tabelle auf der nächsten Seite

T a b e l l e 66 (Fortsetzung)

Komponenten	bereinigte Differenz ber. aus Tabelle 64	bereinigte Differenz ber. aus Tabelle 65	$(S_{22} - S_{12}) \cdot p_2$
6 T.M. + 94T.BIII	1,414	0,778	0,779
8 T.M. + 92T.BII	1,749	1,041	1,039

ber. = berechnet

T. = Teil(e)

BI, BII, BIII, A.,G.,M. = Bezeichnung der Komponenten (s. Tabelle 65)

Summationsgehalt = hier: Gehalt an Trockenmasse

S_z = experimentell festgestellter Summationsgehalt in der Mischung

S_{1z} = nach der (Bockwurst-)Regression aus den Bestandteilen der Mischung ber. Summationsgehalt

S_z^* = experimentell festgestellter Summationsgehalt im Experimentierbrät

S_{1z}^* = nach der (Bockwurst-)Regression aus den Bestandteilen des Experimentierbräts ber. Summationsgehalt

p_B = Anteil des Experimentierbräts in der Mischung

S_{22} = experimentell festgestellter Summationsgehalt der Zusatzkomponente

S_{12} = nach der (Bockwurst-)Regression aus den Bestandteilen der Zusatzkomponente ber. Summationsgehalt

p_2 = Anteil der Zusatzkomponente in der Mischung

$p_B + p_2 = 1$

Dagegen ist die Übereinstimmung etwas schlechter mit den "bereinigten Differenzen", welche aus Tabelle 64 errechnet wurden; hier wurden die experimentellen Mischungen analysiert. Diese Abweichungen lassen sich möglicherweise durch schlechte Homogenisierung beim experimentellen Mischen deuten. Die Experimentierbräte nahmen bei Zusatz der Rezepturkomponenten 2 gummiartige Konsistenz an und ließen sich im Mixgerät schlecht weitermischen.

Zusammenfassend läßt sich zum Nachweis fremder Zusätze in einem Lebensmittel durch diese Regressions-Methode sagen:

1) Man ermittle mit möglichst großer Bestimmtheit die Mehrfachregression eines Lebensmittels, das gemäß handelsüblicher Rezeptur hergestellt wurde.
2) Bei dem zu prüfenden Lebensmittel gleicher Art bestimme man die Gehalte der Bestandteile (Variable der Regression).
3) Man vergleiche den experimentell gefundenen Summationsgehalt mit dem nach der Mehrfachregression berechneten Summationsgehalt. Überschreitet der Unterschied die "Differenz"-Schranke, so besteht Verdacht auf Zusatz einer fremden Rezepturkomponente.
4) Bei der Suche nach der fremden Rezepturkomponente ist zu beachten:
   Bei der Zusatzkomponente ist ein Überschreiten der "Differenz"-Schranke um so wahrscheinlicher, je stärker sich der experimentell gemessene Summationsgehalt und der nach der Regression berechnete Summationsgehalt der Zusatzkomponente voneinander unterscheiden.

Erfahrungen bei statistischen Erhebungen während des Routinebetriebes einer amtlichen Untersuchungsanstalt.

a) Planung: Die Planung mußte davon ausgehen, daß der Routinebetrieb während der Erhebung nicht wesentlich gestört wird.
Allenfalls konnte die Art der Proben, die vom Gewerbeaußendienst entnommen wurden, beeinflußt werden; so wurde der Anteil an Brühwürsten erhöht. Oder dem Gewerbeaußendienst mußten bestimmte Bezirke der Stadt Berlin, die nicht im Umkreis der Dienststelle oder der Wohnung der Beamten lagen, zur Probenentnahme vorgeschlagen werden.

Um die Probenentnahme durch den Gewerbeaußendienst besser übersehen zu können, wurden die Daten der Proben in Randlochkarten eingetragen. Dadurch bestand u.a. die Möglichkeit, die Verteilung der Proben über die Erhebungszeit und über die Bezirke zu verfolgen und entsprechende Anweisungen an den Gewerbeaußendienst zu geben.

Die ausgesuchten Analysenmethoden mußten einfachere Routineverfahren sein. Schwierige Methoden (Fremdeiweiß, Hydroxyprolin) konnten daher nicht berücksichtigt werden.

Die etwas aufwendigeren Routinemethoden (Kjeldahlstickstoff, Extraktionsfettgehalt, Asche) konnten nur bei ca. jeder zehnten Probe angewandt werden.
Prinzipiell wurde aber auf kondensierte Phosphate und Stärke geprüft, so daß zwei sehr häufige Verfälschungsarten aus der Grundgesamtheit ausgeschlossen werden konnten.

Dagegen wurde ein "überhöhter" Wasser- oder Fettgehalt nicht als Grund angesehen, die betreffende Probe aus der Grundgesamtheit auszuschließen. Außerdem war ein überhöhter Wassergehalt (mehr als 20% Fremdwasser) sehr selten (weniger als 1 % der Proben). Proben von Veterinärbeamten oder von Anzeigenden oder Proben, die sonstwie den lebensmittelrechtlichen Vorschriften nicht entsprachen, wurden nicht in der Erhebung erfaßt.
Auf diese Weise wurde erreicht, dass die sogenannte "Bockwurstaktion" relativ reibungslos im Routinebetrieb durchgezogen werden konnte.
Nachkontrollproben, die auf Grund eines Verdachtmomentes bei der erstgezogenen Probe entnommen wurden, fanden keine Berücksichtigung in der Erhebung. Weiterhin wurden Proben ausgeschieden, die zum zweiten Mal bei demselben Fleischer versehentlich entnommen wurden.
Durch die aus lebensmittelrechtlichen Gründen bedingten Nachkontrollproben wurde die Erhebung erheblich verlangsamt; dadurch erstreckte sich die Erhebung jedoch vorteilhafterweise über einen grösseren Zeitraum.

b)Fehlerquellen: Fehler bei der Probenentnahme tauchten dann auf, wenn bestimmte Bezirke oder Fleischer von den Beamten des Gewerbeaußendienstes bevorzugt wurden.

Fehler bei Analysen,Ablesefehler und Verwechslungen von Probenummern konnten nicht erfaßt werden. Sie tauchen daher, soweit überhaupt vorhanden, in den Routinestreuungen auf. Fehler bei der Auswertung lagen in der Regel bei vollanalytisch untersuchten Proben unter 10 %; hierbei handelte es sich um Rechen- und Übertragungsfehler. Letztere Fehler traten auch häufig bei der

Lochung der Datenkarten für den Computer auf. Auf diese Weise mußten sehr viel mehr Rechengänge durchgeführt werden, als zur Lösung erforderlich waren.
Eine unangenehme Fehlerquelle tauchte an der Datenverarbeitungsmaschine selbst auf, als die Lochkarten von einem schadhaften Lochkartenleser zerrissen wurden.

Der Verfasser hatte anfänglich Schwierigkeiten in der statistischen Interpretation der Versuchsergebnisse.
Ein psychologisches Hemmnis bei einer derartigen Erhebung liegt in dem mangelnden statistischen Verständnis der Mitarbeiter; statistisch bedingten Notwendigkeiten standen sie ablehnend gegenüber.

c) Kontrollen zur Vermeidung von Fehlern:

Fehler bei der Probenentnahme konnten anhand der Randlochkarten festgestellt werden.
Fehler während des Analysenganges würden sich durch automatisierte Geräte, die Meßergebnisse digital ausdrucken (z.B. bei Waagen) vermeiden lassen. Die Analysenautomaten müßten von gut eingearbeitetem Personal bedient werden. Aus diesem Grunde und wegen der hohen Anschaffungskosten wären methodenorientierte Abläufe in einem Untersuchungsamt rationell.
Ohne eine derartige Automatisierung würde sich ebenfalls eine Methodenorientierung empfehlen, da die Untersuchung durch Spezialisten die Manipulationsstreuung verkleinert.

Dies würde jedoch eine erhebliche Umstrukturierung der derzeitigen amtlichen Lebensmittelüberwachung bedingen.

Einer kontrollierten Auswertung dienten folgende Maßnahmen:
Die primären Einflußgrößen (Meßwerte) wurden unmittelbar am Arbeitsplatz in Protokollformulare eingesetzt.

Korrekturen am Arbeitsplatz (z.B.an der Waage bei Fehlablesungen) waren, soweit lesbar, erlaubt.Jede Auswertung wurde mit Hilfe eines programmierbaren und druckenden Tischrechners auf Richtigkeit kontrolliert.Diese Kontrolle erwies sich als außerordentlich wichtig. (Durch diese Totalkontrolle gelang es die Bestimmtheit der Regression von 85% auf 99 % anzuheben.) Die Eingabedaten an der elektronischen Datenverarbeitungsanlage wurden dadurch überprüft, daß jeder Wert ausgedruckt wurde und listenmäßig kontrolliert werden konnte. Außerdem ergab das Programm die Möglichkeit zur Plausibilitätskontrolle.
Zur Vermeidung der Gefahr der Vernichtung von Lochkarten wurden diese gedoppelt.
Zur statistischen Interpretation der Versuchsergebnisse reichten Selbststudien oder die Teilnahme an statistischen Schnellkursen nicht aus.
Auf Anraten und mit Zustimmung des Amtsleiters belegte der Verfasser statistische Vorlesungen und Übungen, die mit Prüfungen abschlossen.Dieser Weg der Fortbildung erscheint dem Verfasser als optimales Verfahren, um Zugang zur mathematischen Statistik zu finden.

Bei den Mitarbeitern kann Interesse für die Anwendung der Statistik in der Lebensmittelchemie erfahrungsgemäß durch geduldige, langjährige Aufklärung und durch materielle Anreize geweckt werden.

Liste I

Eingabedaten T A E N

von 28 Bockwürsten und Würstchen

Lfd. Nr. = Laufende Nummer
HB Nr. = Hauptbuchnummer
Mon. Jahr = Monat und Jahr der Probenahme
Kart. Nr. = Nummer in der Bockwurst-Kartei
T = Gehalt an Trockenmasse in g/g
A = Gehalt an Asche in g/g
E = Gehalt an Extraktionsfett in g/g
N = Gehalt an Kjeldahl-Stickstoff in g/g
t, d, e = Drei-, Zwei- oder Einfachbestimmung

Lfd. Nr.	HB Nr. Mon. Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	E	t d e	N	t d e
1	6531 11.65	705	0,48914	d	0,01630	e	0,38443	d	0,01618	e
2	1158 1.66	783	0,47083	d	0,01428	e	0,36014	d	0.01590	e
3	4249 7.64	345	0,39858	e	0,02229	d	0,27778	e	0,01780	d
4	535 1.66	773	0,47152	e	0,02021	e	0,34223	e	0,01811	e
5	438 1.65	490	0,48765	e	0,02123	e	0,35769	e	0,01763	e
6	6789 11.65	724	0,49360	d	0,01590	e	0,36517	d	0,01738	e
7	4111 6.64	337	0,46379	e	0,02321	d	0,31997	e	0,02103	d
8	1636 2.66	796	0,28060	d	0,02739	e	0,15375	d	0,01692	d
9	4450 7.65	650	0,49255	d	0,01873	e	0,35210	d	0,02047	e
10	4465 7.65	652	0,47557	d	0,02611	e	0,33312	d	0,01992	e

Lfd. Nr.	HBNr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	E	t d e	N	t d e
11	4383 4,66	842	0,54104	d	0,02588	e	0,39047	d	0,02050	e
12	4474 7,64	354	0,51328	d	0,02155	d	0,37382	d	0,01956	d
13	5006 4,66	850	0,56653	d	0,02666	e	0,38925	d	0,02491	e
14	2180 4,65	560	0,47861	e	0,02598	e	0,32858	e	0,02104	e
15	7222 12,65	742	0,22193	t	0,02516	e	0,08946	d	0,01756	t
16	4108 6,64	336	0,45077	d	0,01655	d	0,31416	e	0,02098	d
17	927 1.66	778	0,52898	d	0,01714	e	0,39839	d	0,01850	e
18	214 1.66	764	0,48057	e	0,01916	e	0,34500	e	0,01907	e
19	4229 7.64	344	0,45097	e	0,01483	d	0,33204	e	0,01894	d
20	4130 7,65	634	0,47530	d	0,02180	e	0,34452	d	0,01966	e
21	4589 7,64	360	0,50166	e	0,02057	d	0,35027	e	0,02352	d
22	4736 8,64	367	0,52728	e	0,02400	d	0,38851	e	0,02199	e
23	1159 1,66	785	0,48374	d	0,02164	e	0,35266	d	0,01797	e
24	5710 5,66	8,67	0,50077	d	0,02068	e	0,37193	d	0,01817	e
25	4248 7,64	346	0,35684	e	0,02379	d	0,17500	e	0,02689	d
26	5575 5,66	861	0,51520	d	0,02179	e	0,35388	d	0,02259	e
27	4460 7,65	654	0,51590	d	0,02241	e	0,37864	d	0,01985	e
28	932 1,66	780	0,49826	d	0,02294	e	0,36672	d	0,01738	e

Liste II

Eingabedaten TAGN von 61 Bockwürsten und 47 Würstchen

B, W = Bockwurst-, Würstchen-Probe
Lfd. Nr. = Laufende Nummer
HB Nr. = Hauptbuchnummer
Mon. Jahr = Monat und Jahr der Probenahme
Kart. Nr. = Nummer in der Bockwurst-Kartei
T = Gehalt an Trockenmasse in g/g
A = Gehalt an Asche in g/g
G = Gehalt an van Gulik-Fett in g/g
N = Gehalt an Kjeldahl-Stickstoff in g/g
t, d, e = Drei-, Zwei- oder Einfachbestimmung

B,W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	G	t d e	N	t d e
B 1	5486 9.64	387	0.48448	e	0.02564	e	0.34250	d	0.02043	e
B 2	6542 11.65	703	0.39254	e	0.02234	e	0.23000	e	0.02178	e
B 3	6066 5.66	876	0.47611	e	0.02695	e	0.32000	e	0.02216	e
B 4	5285 5.66	860	0.43870	e	0.01816	e	0.32000	e	0.01878	e
B 5	5032 8.64	380	0.37808	e	0.02711	e	0.23250	d	0.01974	e
B 6	6104 10.64	400	0.29131	e	0.01929	e	0.15100	d	0.01963	e
B 7	6531 11.65	705	0.48914	d	0.01630	e	0.39000	e	0.01618	e
B 8	7210 12.65	744	0.36682	e	0.01745	e	0.23800	e	0.01819	e
B 9	1158 1.66	783	0.47083	d	0.01428	e	0.37500	e	0.01590	e
B 10	6957 12.65	734	0.37953	e	0.01802	e	0.23000	e	0.02026	e
B 11	6669 11.65	707	0.43409	e	0.02132	e	0.28000	e	0.02103	d
B 12	4249 7.64	345	0.39858	e	0.02229	d	0.27500	e	0.01780	d

B,W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	G	t d e	N	t d e
B 13	3997 3.66	837	0.37428	e	0.01598	e	0.26500	e	0.01642	e
B 14	535 1.66	773	0.47152	e	0.02021	e	0.35500	d	0.01811	e
B 15	1162 1.66	786	0.35856	e	0.02053	e	0.22000	e	0.02070	e
B 16	438 1.65	490	0.48765	e	0.02123	e	0.37000	d	0.01763	e
B 17	4929 8.64	379	0.31045	e	0.01442	e	0.19750	d	0.01940	d
B 18	5293 5.66	855	0.41954	e	0.01767	e	0.31000	e	0.01565	e
B 19	5292 5.66	853	0.37735	e	0.02708	e	0.19000	e	0.02341	e
B 20	6789 11.65	724	0.49360	d	0.01590	e	0.36500	e	0.01738	e
B 21	7211 12.65	745	0.38907	e	0.01684	e	0.25500	e	0.01869	e
B 22	4388 4.66	838	0.44255	e	0.02288	e	0.31000	e	0.02044	e
B 23	4111 6.64	337	0.46379	e	0.02321	d	0.31500	e	0.02103	d
B 24	5019 4.66	844	0.31722	e	0.01428	e	0.19500	e	0.01876	e
B 25	6529 11.65	701	0.37551	e	0.01848	e	0.27000	e	0.01513	e
B 26	6287 10.64	405	0.46095	e	0.02327	e	0.31100	d	0.02161	e
B 27	5846 10.64	389	0.42622	e	0.02056	e	0.30000	d	0.01793	e
B 28	1636 2.66	796	0.28060	d	0.02739	e	0.16000	e	0.01692	d
B 29	5033 8.64	381	0.43185	e	0.01959	e	0.29250	d	0.02102	e
B 30	4610 7.64	362	0.45819	e	0.02687	d	0.29500	e	0.02359	d
B 31	1487 2.66	791	0.38263	e	0.01811	e	0.26500	e	0.01786	e
B 32	7213 12.65	747	0.46676	e	0.02254	e	0.34600	d	0.01775	e
B 33	5589 5.66	863	0.48016	e	0.02709	e	0.34750	d	0.01906	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	G	t d e	N	t d e
B 34	6746 11.64	431	0.45573	e	0.01627	e	0.33250	d	0.01903	e
B 35	4386 4.66	840	0.37791	e	0.01632	e	0.27000	e	0.01651	e
B 36	5461 9.64	388	0.46934	e	0.02624	e	0.32000	d	0.02161	e
B 37	832 2.65	504	0.41179	e	0.02526	e	0.25500	e	0.02178	e
B 38	6105 10.64	401	0.42130	e	0.02167	e	0.30900	d	0.01824	e
B 39	5712 5.66	874	0.38270	e	0.01323	e	0.26500	e	0.01835	e
B 40	5008 4.66	848	0.38825	e	0.02204	e	0.24500	e	0.01978	e
B 41	6660 11.65	711	0.36993	e	0.02139	e	0.23000	e	0.01910	e
B 42	4736 8.64	367	0.52728	e	0.02400	d	0.38650	d	0.02199	e
B 43	4809 8.64	372	0.34472	e	0.02127	e	0.21000	d	0.01979	e
B 44	1159 1.66	785	0.48374	e	0.02164	e	0.37000	e	0.01797	e
B 45	5922 10.64	391	0.34804	e	0.01436	e	0.22000	d	0.02027	e
B 46	5710 5.66	867	0.50077	d	0.02068	e	0.38000	e	0.01817	e
B 47	210 1.66	762	0.43390	e	0.01857	e	0.32750	d	0.01628	e
B 48	4248 7.64	346	0.35684	e	0.02379	d	0.17000	e	0.02689	d
B 49	5575 5.66	861	0.51520	d	0.02179	e	0.36000	e	0.02259	e
B 50	5727 5.66	872	0.35924	e	0.02744	e	0.16500	e	0.02744	e
B 51	6090 5.66	879	0.39388	e	0.01977	e	0.27000	e	0.01741	e
B 52	7251 12.65	748	0.41919	e	0.02397	e	0.26500	e	0.02248	e
B 53	2528 2.66	817	0.43340	e	0.02932	e	0.26000	e	0.02495	e
B 54	5571 5.66	865	0.46490	e	0.02219	e	0.32500	e	0.01570	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	G	t d e	N	t d e
B 55	924 1.66	776	0.45882	e	0.01965	e	0.35250	d	0.01730	e
B 56	932 1.66	780	0.49826	d	0.02294	e	0.38000	e	0.01738	e
B 57	5198 9.64	385	0.40392	e	0.02568	e	0.25600	d	0.02202	e
B 58	5034 8.64	382	0.36459	e	0.01590	e	0.24400	d	0.01874	e
B 59	5197 9.64	384	0.45226	e	0.02304	e	0.31550	d	0.01994	e
B 60	4692 7.65	657	0.43562	e	0.02066	e	0.29800	e	0.01963	e
B 61	4589 7.64	360	0.50166	e	0.02057	d	0.35800	e	0.02352	d
W 62	6706 11.64	426	0.43658	e	0.02117	e	0.28750	d	0.02101	e
W 63	4450 7.65	650	0.49255	d	0.01873	e	0.38000	e	0.02047	e
W 64	1176 1.66	781	0.33296	e	0.01226	e	0.21700	e	0.01530	e
W 65	2489 2.66	815	0.40820	e	0.02594	e	0.24000	e	0.02285	e
W 66	5021 4.66	846	0.42724	e	0.03249	e	0.27000	e	0.02344	e
W 67	6959 12.65	736	0.43726	e	0.02222	e	0.28500	e	0.02180	e
W 68	4465 7.65	652	0.47557	d	0.02611	e	0.35500	e	0.01992	e
W 69	6532 11.65	699	0.37266	e	0.02513	e	0.24000	e	0.01861	e
W 70	6790 11.65	723	0.46301	e	0.02010	e	0.31000	e	0.01888	e
W 71	933 1.66	775	0.38669	e	0.01011	e	0.26500	e	0.01984	e
W 72	4383 4.66	842	0.54104	d	0.02588	e	0.40000	e	0.02050	e
W 73	5920 10.64	390	0.40545	e	0.01742	e	0.29200	d	0.01828	e
W 74	4804 8.64	371	0.31087	e	0.01905	t	0.18250	d	0.01924	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	G	t d e	N	t d e
W 75	4474 7.64	354	0.51328	d	0.02155	d	0.39000	e	0.01956	d
W 76	6064 5.66	880	0.46369	e	0.02071	e	0.31500	e	0.02270	e
W 77	5289 5.66	851	0.34327	e	0.02032	e	0.21000	e	0.01890	e
W 78	6801 11.65	729	0.35990	e	0.01064	e	0.22200	e	0.02003	e
W 79	2180 4.65	560	0.47861	e	0.02598	e	0.34000	e	0.02104	e
W 80	530 1.66	769	0.34785	e	0.01596	e	0.25500	e	0.01681	e
W 81	7222 12.65	742	0.22193	t	0.02516	e	0.08000	e	0.01756	t
W 82	4128 7.65	635	0.36454	e	0.01223	e	0.26000	e	0.01953	e
W 83	4443 7.64	353	0.37784	e	0.03198	d	0.21200	e	0.02270	d
W 84	6774 11.65	721	0.44710	e	0.01485	e	0.31200	e	0.01975	e
W 85	6932 12.65	732	0.32823	e	0.02404	e	0.18000	e	0.02154	e
W 86	4108 6.64	336	0.45077	d	0.01655	d	0.30500	e	0.02098	d
W 87	5287 5.66	858	0.37854	e	0.01790	e	0.24500	e	0.02231	e
W 88	6545 11.65	697	0.42663	e	0.02282	e	0.28000	e	0.02084	e
W 89	214 1.66	764	0.48057	e	0.01916	e	0.35250	d	0.01907	e
W 90	4229 7.64	344	0.45097	e	0.01483	d	0.34000	e	0.01894	d
W 91	6541 11.65	696	0.42026	e	0.01224	e	0.31000	e	0.01716	e
W 92	4807 8.64	373	0.40567	e	0.02581	d	0.29500	d	0.02180	e
W 93	6705 11.64	425	0.44955	e	0.01502	e	0.31750	d	0.02008	e
W 94	1490 2.66	788	0.35911	e	0.02364	e	0.22000	e	0.01982	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	A	t d e	G	t d e	N	t d e
W 95	6174 10.64	402	0.42384	e	0.01642	e	0.29250	d	0.01852	e
W 96	6671 11.65	713	0.35306	e	0.01878	e	0.21000	e	0.02023	e
W 97	1888 2.66	803	0.42436	d	0.01389	e	0.32000	e	0.01642	e
W 98	1886 2.66	807	0.46887	e	0.01807	e	0.34350	d	0.01922	e
W 99	1885 2.66	805	0.38766	e	0.02677	e	0.25500	e	0.01772	e
W 100	1880 2.66	801	0.41466	e	0.02424	e	0.27000	e	0.01901	e
W 101	6963 12.65	738	0.44348	e	0.02227	e	0.32500	e	0.01633	e
W 102	6497 10.64	414	0.36633	e	0.01488	e	0.27000	d	0.01816	e
W 103	4130 7.65	634	0.47530	d	0.02180	e	0.36500	e	0.01966	e
W 104	439 1.65	491	0.39881	e	0.02001	e	0.28500	e	0.01688	e
W 105	6659 11.65	709	0.31602	e	0.02070	e	0.20700	e	0.01517	e
W 106	831 2.65	503	0.38217	e	0.03030	e	0.21000	e	0.02377	e
W 107	6499 10.64	415	0.39432	e	0.03486	e	0.22250	d	0.02226	e
W 108	4734 8.64	368	0.44601	e	0.02140	d	0.29250	d	0.02427	e

L i s t e III

Eingabedaten TG
von 461 Bockwürsten (B)
und 383 Würstchen (W)

Lfd.Nr. = Laufende Nummer
HB Nr. = Hauptbuchnummer
Mon. Jahr = Monat und Jahr der Probenahme
Kart. Nr. = Nummer in der Bockwurst-Kartei
T = Gehalt an Trockenmasse in g/g
G = Gehalt an van Gulik-Fett in g/g
t, d, e = Drei-, Zwei- oder Einfachbestimmung
n, h, x = Neunfach-, Siebenfach- oder Sechsfachbestimmung

B,W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 1	1917 3.64	273	0.38417	e	0.24500	e
B 2	6421 11.65	688	0.39982	e	0.26000	e
B 3	210 10.5	762	0.43390	e	0.32750	d
B 4	3973 6.64	332	0.36744	e	0.21000	e
B 5	5941 10.64	392	0.39707	e	0.28250	d
B 6	6553 9.63	79	0.39145	e	0.16000	e
B 7	6209 9.63	37	0.43624	e	0.30500	e
B 8	8232 12.63	195	0.39679	e	0.28500	e
B 9	3437 5.64	317	0.46449	e	0.31000	e
B 10	6865 10.63	95	0.43884	e	0.31500	e
B 11	8512 12.63	208	0.47541	e	0.35500	e
B 12	3437 6.65	613	0.59735	d	0.50000	e

B,W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 13	4267 7.64	347	0.44695	e	0.30500	e
B 14	3733 6.64	325	0.43120	e	0.29000	e
B 15	3769 6.64	326	0.39473	e	0.24500	e
B 16	2557 4.64	294	0.34028	e	0.21000	e
B 17	2490 2.66	816	0.35024	e	0.22000	e
B 18	5020 4.66	847	0.39358	e	0.24000	e
B 19	4319 7.64	350	0.34852	e	0.22000	e
B 20	6477 9.63	72	0.33965	e	0.20500	e
B 21	6392 9.63	66	0.41975	e	0.25500	e
B 22	6056 9.63	21	0.39752	e	0.20500	e
B 23	5285 5.66	860	0.43870	e	0.32000	e
B 24	5700 9.65	659	0.48136	d	0.35500	e
B 25	6416 11.65	686	0.35291	e	0.20500	e
B 26	1455 2.65	526	0.36930	e	0.24500	e
B 27	4466 7.65	653	0.43000	e	0.32000	e
B 28	6542 11.65	704	0.44199	e	0.29500	e
B 29	6533 11.65	700	0.37573	e	0.24500	e
B 30	2178 4.65	559	0.42671	e	0.30000	e
B 31	6542 11.65	703	0.39254	e	0.23000	e
B 32	6791 11.65	722	0.46542	e	0.31000	e

B,W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 33	7392 12.65	759	0.39384	e	0.25500	e
B 34	6947 11.64	444	0.48212	e	0.37200	d
B 35	6948 11.64	445	0.48107	e	0.36750	d
B 36	7748 11.63	159	0.45036	e	0.32000	e
B 37	6864 10.63	94	0.45412	e	0.33000	e
B 38	4127 10.63	121	0.47704	e	0.36500	e
B 39	1068 2.64	260	0.47299	e	0.34500	e
B 40	6958 12.65	735	0.41198	e	0.28000	e
B 41	4259 7.65	637	0.48288	d	0.36000	e
B 42	2847 5.65	578	0.45487	d	0.37000	e
B 43	6531 11.65	705	0.48914	d	0.39000	e
B 44	6129 9.63	31	0.40718	e	0.28750	e
B 45	4540 7.64	358	0.47971	e	0.34700	e
B 46	6104 10.64	400	0.29131	e	0.15100	d
B 47	2374 3.64	290	0.44443	d	0.31000	e
B 48	1004 2.64	254	0.32337	e	0.19200	e
B 49	693 1.64	236	0.40445	e	0.29000	e
B 50	5032 8.64	380	0.37808	e	0.23250	d
B 51	7130 11.64	447	0.36241	e	0.23250	d
B 52	2140 2.66	810	0.51001	d	0.36000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 53	4384 4.66	843	0.54907	d	0.43000	e
B 54	7138 10.63	115	0.32343	e	0.20500	e
B 55	6938 10.63	100	0.41965	e	0.30250	x
B 56	6211 9.63	39	0.41356	e	0.27000	e
B 57	6841 10.63	92	0.47591	e	0.33500	e
B 58	1158 1.66	783	0.47083	d	0.37500	e
B 59	7300 10.63	126	0.41024	e	0.25500	e
B 60	6004 8.63	17	0.43347	e	0.31500	e
B 61	6071 9.63	26	0.42726	e	0.35000	e
B 62	7210 12.65	744	0.36682	e	0.23800	e
B 63	2142 2.66	809	0.40476	e	0.28500	e
B 64	3339 3.66	827	0.43265	e	0.32000	e
B 65	3340 3.66	828	0.42283	e	0.31500	e
B 66	3530 3.66	833	0.36612	e	0.22500	e
B 67	6380 9.63	61	0.39612	e	0.26000	e
B 68	7395 10.63	133	0.40636	e	0.25000	e
B 69	2181 4.65	561	0.33839	e	0.22000	e
B 70	429 1.65	487	0.43053	e	0.31500	e
B 71	6669 11.65	707	0.43409	e	0.28000	e
B 72	6957 12.65	734	0.37953	e	0.23000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 73	7794 11.63	164	0.32570	e	0.20000	e
B 74	6526 9.63	73	0.39159	e	0.16000	e
B 75	637 1.64	241	0.37091	e	0.24700	e
B 76	2490 4.64	291	0.46994	e	0.30300	e
B 77	5904 10.65	665	0.43502	e	0.29000	e
B 78	1227 2.65	520	0.43958	e	0.29200	e
B 79	5486 9.64	387	0.48448	e	0.34250	d
B 80	6926 11.64	441	0.37109	e	0.22250	d
B 81	438 1.65	490	0.48765	e	0.37000	d
B 82	7562 11.63	148	0.33126	e	0.21500	e
B 83	2666 4.64	302	0.38518	e	0.24500	e
B 84	4151 7.64	341	0.33021	e	0.21500	e
B 85	2580 4.65	574	0.42325	e	0.33000	e
B 86	1060 2.64	258	0.39523	e	0.26000	e
B 87	1162 1.66	786	0.35856	e	0.22000	e
B 88	535 1.66	773	0.47152	e	0.35500	d
B 89	3997 3.66	837	0.37428	e	0.26500	e
B 90	622 1.64	238	0.41500	e	0.29200	e
B 91	4917 8.64	375	0.35394	e	0.21250	d
B 92	4249 7.64	345	0.39858	e	0.27500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 93	528 1.66	766	0.35066	e	0.21500	e
B 94	3433 6.65	615	0.39207	e	0.27000	e
B 95	1270 2.65	518	0.38455	e	0.25000	e
B 96	7535 11.63	145	0.38519	e	0.26800	e
B 97	6418 11.65	684	0.41796	e	0.28000	e
B 98	3097 5.65	586	0.52126	d	0.39000	e
B 99	6789 11.65	724	0.49360	d	0.36500	e
B 100	5292 5.66	853	0.37735	e	0.19000	e
B 101	2182 3.64	282	0.44535	e	0.32500	e
B 102	1019 2.65	509	0.41879	e	0.24000	e
B 103	6066 5.66	876	0.47611	e	0.32000	e
B 104	4462 7.65	649	0.46074	e	0.33750	d
B 105	6788 11.65	726	0.49831	t	0.36000	e
B 106	6006 8.63	16	0.34344	e	0.20500	e
B 107	1916 3.64	274	0.44266	e	0.29500	e
B 108	7157 10.63	119	0.47534	e	0.36500	e
B 109	5293 5.66	855	0.41954	e	0.31000	e
B 110	5290 5.66	852	0.34018	e	0.22000	e
B 111	5907 10.65	668	0.46362	e	0.33000	e
B 112	6475 9.63	70	0.42639	e	0.25670	h
B 113	4929 8.64	379	0.31045	e	0.19750	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.4	T	t d e	G	t d e
B 114	6335 9.63	54	0.40836	e	0.26000	e
B 115	6554 9.63	80	0.41615	e	0.29360	e
B 116	6389 9.63	63	0.49300	e	0.33000	e
B 117	5984 8.63	7	0.43628	e	0.26500	e
B 118	7622 11.63	152	0.42515	e	0.29200	e
B 119	4492 7.64	357	0.47905	e	0.33500	e
B 120	790 2.65	499	0.42562	e	0.27000	e
B 121	4149 7.64	340	0.45414	e	0.32000	e
B 122	531 1.66	768	0.36033	e	0.25500	e
B 123	533 1.66	770	0.38223	e	0.26500	e
B 124	1634 2.66	798	0.42492	e	0.31000	e
B 125	6802 11.65	728	0.34428	e	0.20200	e
B 126	7409 12.65	761	0.39534	e	0.27500	e
B 127	4388 4.66	838	0.44255	e	0.31000	e
B 128	4289 7.64	348	0.40215	e	0.28800	e
B 129	3039 4.64	307	0.42891	e	0.30800	e
B 130	6450 10.64	410	0.47467	e	0.32650	d
B 131	4589 7.64	360	0.50166	e	0.35800	e
B 132	2183 3.64	283	0.41673	e	0.30000	e
B 133	7211 12.65	745	0.38907	e	0.25500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 134	6946 10.63	103	0.37675	e	0.23500	e
B 135	4127 7.65	636	0.39305	e	0.26500	e
B 136	3341 3.66	823	0.47676	e	0.33250	d
B 137	394 1.64	223	0.35801	e	0.24200	e
B 138	6664 11.65	716	0.33733	e	0.20500	e
B 139	6529 11.5	701	0.37551	e	0.27000	e
B 140	6131 9.63	33	0.38510	e	0.22000	e
B 141	7388 10.63	129	0.41368	e	0.26500	e
B 142	5019 4.66	844	0.31722	e	0.19500	e
B 143	224 1.64	220	0.44200	e	0.32500	e
B 144	7450 10.63	136	0.40782	e	0.26200	e
B 145	6434 9.63	53	0.35476	e	0.21500	e
B 146	102 1.64	215	0.34295	e	0.22500	e
B 147	6391 9.63	65	0.38968	e	0.24500	e
B 148	7077 10.63	111	0.41310	e	0.27500	e
B 149	223 1.64	219	0.39536	e	0.23800	e
B 150	1669 2.64	268	0.37239	e	0.19500	e
B 151	4111 6.64	337	0.46379	e	0.31500	e
B 152	6827 11.64	434	0.32966	e	0.20350	d
B 153	6422 10.64	408	0.35028	e	0.23250	d

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 154	7389 12.65	754	0.47677	e	0.34500	d
B 155	4266 7.65	643	0.35378	e	0.22500	e
B 156	6460 10.64	413	0.39567	e	0.25350	d
B 157	6214 9.63	42	0.42278	e	0.30500	e
B 158	8529 12.63	209	0.40619	e	0.25000	e
B 159	6009 8.63	5	0.46067	e	0.31000	e
B 160	8233 2.63	196	0.44720	e	0.32500	e
B 161	6839 9.61	91	0.45705	e	0.33000	e
B 162	1560 3.65	535	0.46265	d	0.35000	e
B 163	7223 12.65	743	0.23114	t	0.09500	e
B 164	3241 5.64	311	0.38397	e	0.25000	e
B 165	7387 12.65	752	0.39926	e	0.24000	e
B 166	807 2.65	501	0.40535	e	0.23500	e
B 167	1983 3.65	556	0.42961	e	0.27000	e
B 168	1565 3.65	531	0.41027	e	0.28500	e
B 169	1005 2.64	255	0.33268	e	0.20000	e
B 170	7143 11.64	454	0.37960	e	0.26900	d
B 171	6287 10.64	405	0.46095	e	0.31100	d
B 172	3627 6.64	324	0.37333	e	0.25500	e
B 173	1458 2.64	265	0.51640	e	0.37000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 174	7530 12.64	467	0.47489	e	0.35200	e
B 175	6933 12.65	733	0.34202	e	0.18500	e
B 176	6931 12.65	731	0.41233	e	0.27200	e
B 177	4147 7.64	338	0.45613	e	0.32500	e
B 178	6773 11.65	720	0.44542	e	0.31000	e
B 179	7735 11.63	156	0.43252	e	0.28800	e
B 180	5846 10.64	389	0.42622	e	0.30000	d
B 181	6414 11.65	690	0.37397	e	0.23000	e
B 182	798 1.64	246	0.48508	e	0.32700	e
B 183	8166 12.63	189	0.49549	e	0.36000	e
B 184	6662 11.65	718	0.39883	e	0.23200	e
B 185	1177 1.66	782	0.34062	e	0.23500	e
B 186	2380 4.65	565	0.42447	e	0.29000	e
B 187	5905 10.65	666	0.43082	e	0.27500	e
B 188	1636 2.66	796	0.28060	d	0.16000	e
B 189	7816 11.66	168	0.42380	e	0.28000	e
B 190	8234 12.63	197	0.37141	e	0.22500	e
B 191	6662 11.65	377	0.36190	e	0.24000	e
B 192	3337 3.66	832	0.50328	d	0.42000	e
B 193	3224 5.64	310	0.46044	e	0.30500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 194	6431 11.65	695	0.49848	d	0.38000	e
B 195	6474 9.63	69	0.40118	e	0.27500	e
B 196	2371 3.64	287	0.50359	d	0.35000	e
B 197	5056 8.64	383	0.41261	e	0.24800	d
B 198	536 1.64	233	0.40803	e	0.24500	e
B 199	1572 2.64	266	0.40289	e	0.27000	e
B 200	5033 8.64	381	0.43185	e	0.29250	d
B 201	6552 9.63	78	0.45014	e	0.19000	e
B 202	5979 8.63	4	0.44157	e	0.31500	e
B 203	5983 8.63	8	0.47678	e	0.34800	e
B 204	5288 5.66	857	0.41216	e	0.25500	e
B 205	6175 10.65	673	0.44629	e	0.29500	d
B 206	6286 9.63	50	0.46603	e	0.29500	e
B 207	6011 8.63	18	0.37562	e	0.22250	e
B 208	6527 9.63	74	0.47967	e	0.22000	e
B 209	6010 8.63	13	0.44957	e	0.28000	e
B 210	7499 10.63	143	0.41838	e	0.28000	e
B 211	5589 5.66	863	0.48016	e	0.34750	d
B 212	4609 7.64	361	0.47829	e	0.35000	e
B 213	7213 12.65	747	0.46676	e	0.34600	d

B,W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 214	6975 10.63	105	0.52721	e	0.37500	e
B 215	4489 7.64	355	0.43957	e	0.27000	e
B 216	6725 11.64	430	0.43659	e	0.29350	d
B 217	7534 11.63	144	0.44270	e	0.31000	e
B 218	1458 2.65	529	0.32673	e	0.19500	e
B 219	4692 7.65	657	0.43562	e	0.29800	e
B 220	6172 10.65	670	0.36421	e	0.22000	e
B 221	6309 10.65	676	0.46043	e	0.32500	e
B 222	329 5.65	604	0.41655	e	0.25500	e
B 223	4268 7.65	645	0.46212	e	0.31000	e
B 224	2845 5.65	579	0.36078	e	0.21000	e
B 225	1876 3.65	546	0.41014	e	0.26300	e
B 226	4094 6.64	334	0.41398	e	0.25000	e
B 227	1478 2.66	791	0.38263	e	0.26500	e
B 228	5962 10.64	395	0.41640	e	0.25150	d
B 229	4610 7.64	362	0.45819	e	0.29500	e
B 230	5712 5.66	874	0.38270	e	0.26500	e
B 231	6105 10.64	401	0.42130	e	0.30900	d
B 232	3452 5.64	320	0.53914	d	0.45000	e
B 233	6707 11.64	427	0.42496	e	0.28500	d

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 234	797 1.64	245	0.26301	e	0.12200	e
B 235	7383 12.65	757	0.43993	e	0.28000	e
B 236	1879 3.65	543	0.35422	e	0.20000	e
B 237	832 2.65	504	0.41179	e	0.25500	e
B 238	5461 9.64	388	0.46934	e	0.32000	d
B 239	3540 5.64	322	0.49804	e	0.35000	e
B 240	2120 2.66	813	0.40856	e	0.27000	e
B 241	3335 3.66	825	0.39033	e	0.26300	e
B 242	3338 5.64	316	0.50104	e	0.36800	e
B 243	4386 4.66	840	0.37791	e	0.27000	e
B 244	6746 11.64	431	0.45573	e	0.33250	d
B 245	7064 10.63	108	0.37835	e	0.23000	e
B 246	3794 6.64	327	0.36498	e	0.22500	e
B 247	6448 10.64	409	0.45162	e	0.30250	d
B 248	6378 9.63	60	0.40947	e	0.26170	n
B 249	3826 6.64	328	0.34815	e	0.21500	e
B 250	6000 8.63	14	0.37947	e	0.23000	e
B 251	6056 10.64	399	0.48609	e	0.36600	d
B 252	6852 11.64	438	0.40836	e	0.27350	d
B 253	6724 11.64	429	0.38474	e	0.27000	d

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr4	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 254	926 1.66	777	0.51326	d	0.42000	e
B 255	6699 10.63	89	0.39824	e	0.24000	e
B 256	215 1.66	765	0.47768	e	0.33900	d
B 257	4458 7.65	651	0.47786	d	0.36500	e
B 258	2578 4.65	576	0.47221	e	0.32500	e
B 259	2575 4.64	296	0.50218	e	0.30500	e
B 260	1978 3.64	276	0.35713	e	0.19500	e
B 261	8530 12.63	210	0.41564	e	0.28800	e
B 262	6941 10.63	101	0.40683	e	0.27500	e
B 263	4134 7.65	626	0.50040	d	0.35500	e
B 264	6544 11.65	698	0.42393	e	0.28000	e
B 265	5008 4.66	848	0.38825	e	0.24500	e
B 266	6344 9.63	57	0.43137	e	0.33500	e
B 267	7621 11.63	151	0.43597	e	0.32000	e
B 268	6551 9.63	77	0.41301	e	0.17000	e
B 269	4928 8.64	378	0.38601	e	0.22750	e
B 270	2730 4.64	304	0.48637	e	0.35000	e
B 271	6008 8.63	10	0.41306	e	0.30000	e
B 272	7402 10.63	135	0.43743	e	0.30500	e
B 273	6390 9.63	64	0.50802	e	0.35000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 274	6287 9.63	51	0.50512	e	0.33250	e
B 275	6528 9.63	75	0.45018	e	0.20500	e
B 276	227 1.65	480	0.39421	e	0.26000	e
B 277	3060 5.65	592	0.42231	e	0.28000	e
B 278	3062 5.65	588	0.36623	e	0.21500	e
B 279	3181 5.65	595	0.39476	e	0.26500	e
B 280	2013 3.65	554	0.44651	d	0.35000	e
B 281	247 1.65	481	0.50808	d	0.39000	e
B 282	1862 3.65	539	0.37402	e	0.24500	e
B 283	6258 9.63	46	0.46076	e	0.34000	e
B 284	6704 11.64	424	0.44932	e	0.31900	d
B 285	3099 5.65	589	0.41657	e	0.28500	e
B 286	8173 12.63	188	0.49064	e	0.32000	e
B 287	6843 11.64	436	0.43157	e	0.30750	d
B 288	1489 2.66	789	0.35979	e	0.22000	e
B 289	4736 8.64	367	0.52728	e	0.38650	d
B 290	3333 3.66	829	0.42044	e	0.28500	e
B 291	4215 7.64	343	0.35595	e	0.23000	e
B 292	6660 11.65	711	0.36993	e	0.23000	e
B 293	6568 11.64	417	0.46568	e	0.33100	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 294	6942 10.63	102	0.55897	e	0.41000	e
B 295	6977 10.63	106	0.41843	e	0.28000	e
B 296	7518 12.64	471	0.45847	e	0.33000	e
B 297	3838 6.65	621	0.39600	e	0.27000	e
B 298	2006 3.65	547	0.51782	d	0.40000	e
B 299	1159 1.66	785	0.48374	d	0.37000	e
B 300	6656 9.63	83	0.43701	e	0.31000	e
B 301	6598 11.64	422	0.43362	e	0.30350	d
B 302	4809 8.64	372	0.3474	e	0.21000	d
B 303	7331 12.65	750	0.42959	e	0.28000	e
B 304	6670 11.65	714	0.35734	e	0.22500	e
B 305	1887 2.66	804	0.42522	d	0.32000	e
B 306	6296 10.65	681	0.42918	e	0.32000	e
B 307	2577 4.64	298	0.46369	e	0.33000	e
B 308	4607 7.64	364	0.40075	e	0.23800	e
B 309	2569 4.64	297	0.45733	e	0.32000	e
B 310	7528 12.64	469	0.44310	e	0.33000	e
B 311	6723 11.64	428	0.35794	e	0.22500	d
B 312	253 1.65	485	0.41248	e	0.28800	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 313	6863 10.63	93	0.41229	e	0.30500	e
B 314	6058 9.63	23	0.43085	e	0.30000	e
B 315	6715 10.63	87	0.40134	e	0.27500	e
B 316	7361 12.64	460	0.49056	e	0.36400	d
B 317	6879 10.63	97	0.38364	e	0.24000	e
B 318	7359 12.64	457	0.49011	e	0.39250	d
B 319	1610 2.66	793	0.44653	e	0.30500	e
B 320	3435 6.65	611	0.41011	e	0.29500	e
B 321	1852 3.64	271	0.34643	e	0.20000	e
B 322	6381 9.63	62	0.38890	e	0.21000	e
B 323	6960 12.65	737	0.33586	e	0.17000	e
B 324	7366 12.64	463	0.38472	e	0.25400	d
B 325	136 1.64	216	0.47135	e	0.32200	e
B 326	1070 2.64	262	0.42509	e	0.29200	e
B 327	1412 2.65	525	0.40548	e	0.28500	e
B 328	7619 11.63	149	0.41513	e	0.28500	e
B 329	6476 9.63	71	0.33138	e	0.19000	e
B 330	6215 9.63	43	0.40743	e	0.23000	e
B 331	801 1.64	250	0.44196	e	0.30500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 332	1007 2.64	257	0.36512	e	0.24500	e
B 333	4136 7.65	632	0.46684	d	0.35000	e
B 334	6713 10.63	85	0.45793	e	0.27500	e
B 335	1069 2.64	261	0.47558	e	0.35000	e
B 336	4735 8.64	370	0.42992	e	0.27500	d
B 337	2239 3.64	286	0.40138	e	0.26300	e
B 338	2576 4.65	572	0.40492	e	0.27000	e
B 339	2474 4.65	569	0.39989	e	0.25000	e
B 340	2357 4.65	564	0.47789	d	0.36300	e
B 341	7395 12.64	466	0.34263	e	0.22000	e
B 342	5922 10.64	391	0.34804	e	0.22000	d
B 343	4327 7.64	351	0.34984	e	0.22800	e
B 344	2376 2.66	814	0.32286	e	0.16000	e
B 345	4076 6.64	330	0.41082	e	0.28000	e
B 346	6069 9.63	24	0.41726	e	0.29000	e
B 347	6257 9.63	45	0.38072	e	0.24700	e
B 348	237 1.65	476	0.43299	e	0.29000	e
B 349	5279 9.64	386	0.39698	e	0.27800	d
B 350	4148 7.64	339	0.38067	e	0.26700	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 351	8064 11.63	177	0.46823	e	0.36000	e
B 352	8088 11.63	184	0.36747	e	0.21000	e
B 353	6663 9.63	84	0.42360	e	0.28000	e
B 354	2571 4.64	299	0.46007	e	0.32500	e
B 355	4095 6.64	335	0.46432	e	0.33000	e
B 356	6298 10.65	679	0.41153	e	0.26500	e
B 357	6472 10.64	411	0.44178	e	0.28750	d
B 358	6828 11.64	435	0.34453	e	0.19600	d
B 359	100 1.64	213	0.43465	e	0.31500	e
B 360	8084 11.63	183	0.40187	e	0.22000	e
B 361	6596 11.64	420	0.47780	e	0.35100	d
B 362	1853 3.64	272	0.49249	e	0.38000	e
B 363	3451 5.64	319	0.41450	e	0.29000	e
B 364	5710 5.66	867	0.50077	d	0.38000	e
B 365	1884 2.66	806	0.39475	e	0.25500	e
B 366	7387 10.63	128	0.37750	e	0.26500	e
B 367	7548 11.63	147	0.3980	e	0.19000	e
B 368	2182 4.65	562	0.35240	e	0.21000	e
B 369	7148 10.63	118	0.36342	e	0.23500	e
B 370	7146 8.63	116	0.32562	e	0.19500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B 371	8378 12.63	202	0.36556	e	0.20500	e
B 372	985 2.64	252	0.35437	e	0.18500	e
B 373	7292 10.63	124	0.41229	e	0.27000	e
B 374	800 1.64	248	0.46926	e	0.31500	e
B 375	799 1.64	247	0.38231	e	0.23500	e
B 376	5727 5.66	872	0.35924	e	0.16500	e
B 377	6342 9.63	55	0.40448	e	0.27500	e
B 378	6695 10.63	88	0.39186	e	0.27500	e
B 379	5575 5.66	861	0.51520	d	0.36000	e
B 380	7156 10.63	120	0.47449	e	0.35000	e
B 381	2158 3.64	280	0.30094	e	0.16000	e
B 382	249 1.65	483	0.31971	e	0.17000	e
B 383	1410 2.65	523	0.40523	e	0.26000	e
B 384	1043 2.65	508	0.49881	e	0.35700	e
B 385	3270 5.65	603	0.43668	e	0.31000	e
B 386	4762 10.63	140	0.36477	e	0.24000	e
B 387	7140 11.44	448	0.35743	e	0.25350	d
B 388	6936 10.63	98	0.43603	e	0.30500	e
B 389	6937 10.63	99	0.35805	e	0.23500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B_{390}	7132 11.64	450	0.36565	e	0.25350	e
B_{391}	4248 7.64	346	0.35684	e	0.17000	e
B_{392}	3969 6.64	331	0.38016	e	0.25500	e
B_{393}	6964 12.65	739	0.44828	e	0.32500	e
B_{394}	1881 2.66	802	0.42972	e	0.29000	e
B_{395}	7251 12.65	748	0.41919	e	0.26500	e
B_{396}	6090 5.66	879	0.39388	e	0.2700	e
B_{397}	636 1.64	240	0.49735	e	0.35500	e
B_{398}	6012 8.63	12	0.37389	e	0.21250	e
B_{399}	4131 7.65	630	0.44905	e	0.31200	e
B_{400}	1272 2.65	515	0.44350	e	0.30500	e
B_{401}	4129 7.65	633	0.49344	d	0.38000	e
B_{402}	7461 10.63	139	0.42392	e	0.29500	e
B_{403}	6422 11.65	693	0.45601	e	0.32500	e
B_{404}	4265 7.65	642	0.43280	e	0.29500	e
B_{405}	3202 5.65	597	0.48595	d	0.37000	e
B_{406}	2870 5.65	582	0.37090	e	0.23000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B_{407}	7469 10.63	141	0.42584	e	0.27500	e
B_{408}	4214 7.64	342	0.41980	e	0.29000	e
B_{409}	1704 3.65	537	0.34639	e	0.23000	e
B_{410}	2528 2.66	817	0.43340	e	0.26000	e
B_{411}	8346 12.63	201	0.32116	e	.20200	e
B_{412}	3553 5.64	323	0.46174	e	0.31500	e
B_{413}	6348 9.63	59	0.55133	e	0.38500	e
B_{414}	6658 11.65	710	0.36266	e	0.25000	e
B_{415}	5571 5.65	865	0.46490	e	0.32500	e
B_{416}	1608 2.66	795	0.38553	e	0.27000	e
B_{417}	6597 11.64	421	0.49346	e	0.38350	d
B_{418}	691 1.64	234	0.41649	e	0.28500	e
B_{419}	785 2.65	498	0.43298	e	0.29500	e
B_{420}	5197 9.64	384	0.45226	e	0.31550	d
B_{421}	5034 8.64	382	0.36459	e	0.24400	d
B_{422}	5198 9.64	385	0.40392	e	0.25600	d
B_{423}	7620 11.63	150	0.41245	e	0.25500	e
B_{424}	930 1.66	780	0.49826	d	0.38000	e
B_{425}	1851 3.64	270	0.38141	e	0.24500	e
B_{426}	924 1.66	776	0.45882	e	0.35250	d

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d c	G	t d e
B_{427}	7390 10.63	130	0.43730	e	0.30000	e
B_{428}	4460 7.65	654	0.51590	d	0.41000	e
B_{429}	6851 11.64	437	0.38356	e	0.25500	d
B_{430}	7736 11.63	157	0.49929	e	0.34500	e
B_{431}	2362 4.65	567	0.41155	e	0.31000	e
B_{432}	3581 6.65	618	0.47652	d	0.39000	e
B_{433}	6285 9.63	49	0.33293	e	0.20000	e
B_{434}	6070 9.63	25	0.41659	e	0.21000	e
B_{435}	6007 8.63	1?	0.42012	e	0.30000	e
B_{436}	6572 11.64	419	0.33758	e	0.23600	d
B_{437}	4631 12.63	191	0.45479	e	0.31000	e
B_{438}	6924 11.64	439	0.31516	e	0.17900	d
B_{439}	4632 7.64	359	0.52329	e	0.37500	e
B_{440}	7134 11.64	453	0.49297	e	0.38000	d
B_{441}	669 1.65	493	0.55578	d	0.44000	e
B_{442}	666 1.65	495	0.56412	d	0.48000	e
B_{443}	2185 3.64	285	0.42356	e	0.28500	e
B_{444}	3231 3.66	821	0.43004	e	0.29000	e
B_{445}	3383 6.65	607	0.45841	e	0.30500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
B_{446}	1457 2.65	530	0.35126	e	0.22000	e
B_{447}	2009 3.65	550	0.41633	e	0.28500	e
B_{448}	6945 11.64	442	0.38072	e	0.27000	d
B_{449}	6550 9.63	76	0.40798	e	0.18000	e
B_{450}	2476 4.65	571	0.35409	e	0.22000	e
B_{451}	3268 5.65	601	0.42530	e	0.31000	e
B_{452}	7904 11.63	171	0.37783	e	0.20500	e
B_{453}	7293 10.63	125	0.38732	e	0.26000	e
B_{454}	830 2.65	502	0.35587	e	0.19000	e
B_{455}	1225 2.65	514	0.39682	e	0.24200	e
B_{456}	2007 3.65	548	0.42538	e	0.28000	e
B_{457}	7813 11.63	165	0.38029	e	0.26000	e
B_{458}	6115 9.63	29	0.47815	e	0.34000	e
B_{459}	8039 11.63	174	0.48380	e	0.37500	e
B_{460}	6311 10.65	683	0.32030	e	0.20500	e
B_{461}	663 1.65	497	0.36438	e	0.21500	e
W_{462}	6663 11.65	717	0.39997	e	0.23000	e
W_{463}	4258 10.63	142	0.39943	e	0.24000	e
W_{464}	2331 8.63	2	0.48278	e	0.34500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{465}	4428 11.63	160	0.46722	e	0.37500	e
W_{466}	575 1.64	230	0.36417	e	0.23000	e
W_{467}	6959 12.65	736	0.43726	e	0.28500	e
W_{468}	4260 7.65	647	0.50142	d	0.38000	e
W_{469}	2846 5.65	577	0.45142	e	0.34600	d
W_{470}	6530 11.65	706	0.51438	d	0.41000	e
W_{471}	5900 10.65	661	0.45376	e	0.31500	e
W_{472}	8511 12.63	206	0.43677	e	0.30000	e
W_{473}	5982 8.63	9	0.42325	e	0.28000	e
W_{474}	7792 11.63	162	0.39027	e	0.27000	e
W_{475}	6619 11.64	423	0.40506	e	0.26000	d
W_{476}	5701 9.65	660	0.50372	e	0.36500	e
W_{477}	1456 2.65	527	0.39018	e	0.27000	e
W_{478}	4465 7.65	652	0.47557	d	0.35500	e
W_{479}	6417 11.65	687	0.35620	e	0.21200	e
W_{480}	1880 3.65	544	0.40322	e	0.24300	e
W_{481}	6532 11.65	699	0.37266	e	0.24000	e
W_{482}	6790 11.65	723	0.46301	e	0.31000	e
W_{483}	7393 12.65	758	0.39377	e	0.26000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{484}	933 1.66	775	0.38669	e	0.26500	e
W_{485}	4383 4.66	842	0.50839	d	0.37300	e
W_{486}	529 1.66	774	0.37308	e	0.25000	e
W_{487}	6176 10.65	674	0.48418	d	0.36500	e
W_{488}	4804 8.64	371	0.31087	e	0.18250	d
W_{489}	3976 7.65	624	0.36116	e	025500	e
W_{490}	1157 1.66	784	0.46454	d	0.35500	e
W_{491}	2556 4.64	295	0.33329	e	0.21000	e
W_{492}	3769 6.64	326	0.39473	e	0.24500	e
W_{493}	5021 4.66	846	0.42724	e	0.27000	e
W_{494}	2489 2.66	815	0.40820	e	0.24000	e
W_{495}	6210 9.63	38	0.39519	e	0.25000	e
W_{496}	6086 9.63	28	0.34196	e	0.19500	e
W_{497}	5286 5.66	859	0.43762	e	0.31500	e
W_{498}	6787 11.65	725	0.48377	d	0.35000	e
W_{499}	7066 10.63	110	0.42614	c	0.28000	e
W_{500}	6714 10.63	86	0.43344	e	0.26500	e
W_{501}	3438 5.64	318	0.44518	e	0.29500	e
W_{502}	7065 10.63	109	0.44775	e	0.26000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{503}	4258 10.63	142	0.39943	e	0.24000	e
W_{504}	2331 8.63	2	0.48278	e	0.34500	e
W_{505}	4428 11.63	160	0.46722	e	0.37500	e
W_{506}	8248 12.63	198	0.35431	e	0.24500	e
W_{507}	2143 2.66	808	0.40276	e	0.26000	e
W_{508}	3531 3.66	834	0.37526	e	0.23000	e
W_{509}	773 1.64	243	0.39347	e	0.25500	e
W_{510}	2026 3.64	279	0.40907	e	0.25500	e
W_{511}	1226 2.65	519	0.45462	e	0.30000	e
W_{512}	5903 10.65	664	0.44831	e	0.31500	e
W_{513}	7079 10.63	112	0.39230	e	0.23000	e
W_{514}	5920 10.64	390	0.40545	e	0.29200	d
W_{515}	4474 7.64	354	0.51328	d	0.39000	e
W_{516}	621 1.64	237	0.47470	e	0.36000	e
W_{517}	225 1.64	221	0.43324	e	0.30500	e
W_{518}	2579 4.65	575	0.43334	e	0.33000	e
W_{519}	437 1.65	489	0.47913	e	0.36000	e
W_{520}	6064 5.66	880	0.46369	e	0.31500	e
W_{521}	6421 10.66	407	0.42025	e	0.27500	e

B, W Lfd. Nr.	MB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{522}	525 1.66	767	0.33142	e	0.21000	e
W_{523}	8062 11.63	180	0.40926	e	0.26700	e
W_{524}	1161 1.66	787	0.34498	e	0.20500	e
W_{525}	534 1.66	772	0.47090	e	0.34000	e
W_{526}	4734 8.64	368	0.44601	e	0.29250	d
W_{527}	3434 6.65	614	0.39686	e	0.28000	e
W_{528}	1261 2.65	514	0.36798	e	0.23200	e
W_{529}	6419 11.65	685	0.42550	e	0.29000	e
W_{530}	1027 2.65	511	0.42991	e	0.28700	e
W_{531}	8082 11.63	185	0.36237	e	0.24500	e
W_{532}	6065 5.66	875	0.45608	e	0.30500	e
W_{533}	5908 10.65	669	0.48673	d	0.37000	e
W_{534}	791 2.65	500	0.39950	e	0.26000	e
W_{535}	7080 10.63	113	0.39312	e	0.28500	e
W_{536}	4746 12.63	203	0.42449	e	0.31000	e
W_{537}	8063 11.63	179	0.29604	e	0.16000	e
W_{538}	8060 11.63	176	0.48329	e	0.35500	e
W_{539}	1633 2.66	799	0.39863	e	0.28500	e
W_{540}	5294 5.66	856	0.43343	e	0.32000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{541}	5289 5.66	851	0.34327	e	0.21000	e
W_{542}	8464 12.63	204	0.42894	e	0.30500	e
W_{543}	8466 12.63	205	0.35536	e	0.22000	e
W_{544}	3649 9.63	58	0.43042	e	0.29500	e
W_{545}	4465 11.63	167	0.44380	e	0.27500	e
W_{546}	8344 12.63	199	0.41565	e	0.27500	e
W_{547}	6803 11.64	433	0.52240	e	0.37650	d
W_{548}	8037 11.63	173	0.48221	e	0.35500	e
W_{549}	772 1.64	242	0.47809	e	0.33000	e
W_{550}	5291 5.66	854	0.36199	e	0.17000	e
W_{551}	1020 2.64	510	0.38639	e	0.23500	e
W_{552}	530 1.66	769	0.34785	e	0.25500	e
W_{553}	774 1.64	244	0.37150	e	0.26500	e
W_{554}	532 1.64	771	0.39786	e	0.27500	e
W_{555}	395 1.64	224	0.46535	e	0.33500	e
W_{556}	2180 4.65	560	0.47861	e	0.34000	e
W_{557}	6801 11.65	729	0.35990	e	0.22200	e
W_{558}	7410 12.65	760	0.39104	e	0.27000	e
W_{559}	4387 4.66	839	0.45290	e	0.31000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{560}	101 1.64	214	0.41257	e	0.29500	e
W_{561}	7633 11.63	154	0.36869	e	0.21700	e
W_{562}	7401 10.63	134	0.33519	e	0.18500	e
W_{563}	7212 12.5	746	0.39145	e	0.26500	e
W_{564}	576 1.64	232	0.37092	e	0.27000	e
W_{565}	222 1.64	218	0.40871	e	0.28500	e
W_{566}	6528 11.65	702	0.35469	e	0.25000	e
W_{567}	3342 3.66	824	0.47211	e	0.33500	e
W_{568}	7390 12.65	755	0.46741	e	0.33500	e
W_{569}	6792 11.65	727	0.36092	e	0.22700	e
W_{570}	5018 4.66	845	0.35755	e	0.24000	e
W_{571}	7536 11.63	146	0.44137	e	0.30000	e
W_{572}	4443 7.64	353	0.37784	e	0.21200	e
W_{573}	4635 8.64	366	0.41025	e	0.28750	e
W_{574}	2373 3.64	288	0.38753	e	0.19000	e
W_{575}	6451 10.64	412	0.39037	e	0.24250	d
W_{576}	4128 7.65	635	0.36454	e	0.26000	e
W_{577}	1979 3.64	277	0.42282	e	0.26000	e
W_{578}	6072 9.63	27	0.45244	e	0.32000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{579}	1559 3.65	536	0.47968	d	0.34500	e
W_{580}	7222 12.65	742	0.22193	t	0.08000	e
W_{581}	6415 11.65	691	0.37540	e	0.22800	e
W_{582}	7388 12.65	753	0.41223	e	0.25500	e
W_{583}	1982 3.65	555	0.43810	e	0.28000	e
W_{584}	1566 3.65	532	0.40839	e	0.28000	e
W_{585}	3257 5.64	312	0.36300	e	0.21500	e
W_{585}	7144 11.64	455	0.40865	e	0.30000	d
W_{587}	6288 10.64	406	0.44165	e	0.28850	e
W_{588}	869 1.64	249	0.50137	e	0.37500	e
W_{589}	7529 12.64	468	0.47822	e	0.33800	e
W_{590}	6932 12.65	732	0.32823	e	0.18000	e
W_{591}	6930 12.65	730	0.41024	e	0.26500	e
W_{592}	137 1. 4	217	0.37606	e	0.27000	e
W_{593}	7181 12.64	456	0.47181	e	0.27600	d
W_{594}	6333 9.63	52	0.25525	e	0.14500	e
W_{595}	4133 7.65	628	0.46680	d	0.37200	e
W_{596}	6432 11.65	694	0.50106	d	0.38000	e
W_{597}	406 1.64	225	0.48989	e	0.38000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{598}	1217 2.64	263	0.43098	e	0.28500	e
W_{599}	4916 8.64	374	0.43732	e	0.30250	d
W_{600}	8087 11.63	181	0.47448	e	0.34500	e
W_{601}	5590 5.66	864	0.44076	e	0.32000	e
W_{602}	5711 5.66	873	0.37950	e	0.26500	e
W_{603}	4385 4.66	841	0.36134	e	0.24500	e
W_{604}	6174 10.65	672	0.49878	d	0.35500	e
W_{605}	8229 12.63	192	0.41428	e	0.30000	e
W_{606}	4036 6.64	333	0.46131	e	0.30800	e
W_{607}	4108 6.64	336	0.45077	d	0.30500	e
W_{608}	6665 11.65	715	0.34865	e	0.22000	e
W_{609}	3334 5.64	315	0.49336	d	0.41500	e
W_{610}	6774 11.65	721	0.44710	e	0.31200	e
W_{611}	3974 7.65	625	0.45070	d	0.35700	e
W_{612}	4267 7.65	644	0.40965	e	0.30500	e
W_{613}	1282 2.64	264	0.40435	e	0.29500	e
W_{614}	1176 1.66	781	0.33296	e	0.21700	e
W_{615}	1635 2.66	797	0.37370	e	0.26000	e
W_{616}	2379 4.65	566	0.42672	e	0.30500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{617}	5906 10.65	667	0.44280	e	0.28300	e
W_{618}	4925 8.64	376	0.38526	e	0.26000	e
W_{619}	6231 10.64	403	0.45992	e	0.33500	d
W_{620}	164 1.65	478	0.55053	d	0.42000	e
W_{621}	3338 3.66	831	0.50812	d	0.42000	e
W_{622}	6116 9.63	30	0.46424	e	0.35500	e
W_{623}	5945 10.64	394	0.42506	e	0.24500	d
W_{624}	4611 7.64	363	0.50236	e	0.36000	e
W_{625}	2011 3.65	552	0.42498	e	0.270000	e
W_{626}	1875 3.65	545	0.40602	e	0.26000	e
W_{627}	6212 9.63	40	0.35132	e	0.24000	e
W_{628}	1459 2.65	528	0.32822	e	0.20000	e
W_{629}	833 2.65	621	0.41161	e	0.25500	e
W_{630}	4693 7.65	658	0.44362	e	0.31000	e
W_{631}	6173 10.65	671	0.35721	e	0.22000	e
W_{632}	6310 10.65	677	0.42863	e	0.31000	e
W_{633}	3293 5.65	605	0.38913	e	0.25000	e
W_{634}	2848 5.65	581	0.44178	e	0.32000	e
W_{635}	4269 7.65	646	0.41365	e	0.28500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{636}	2844 5.65	580	0.35792	e	0.20700	e
W_{637}	2028 3.64	278	0.45556	d	0.31500	e
W_{638}	5963 10.64	396	0.44265	e	0.30650	d
W_{639}	6654 9.63	81	0.38216	e	0.25000	e
W_{640}	1488 2.66	790	0.38520	e	0.27000	e
W_{641}	7384 12.65	756	0.43138	e	0.28000	e
W_{642}	2119 2.66	812	0.37224	e	0.24000	e
W_{643}	3336 3.66	826	0.38896	e	0.25500	e
W_{644}	5287 5.66	858	0.37854	e	0.24500	e
W_{645}	6055 10.64	398	0.46559	e	0.33500	d
W_{646}	7003 11.64	446	0.35224	e	0.20250	d
W_{647}	3258 5.64	313	0.34768	e	0.22000	e
W_{648}	7062 10.63	107	0.41129	e	0.23500	e
W_{649}	927 1.66	778	0.52898	d	0.42000	e
W_{650}	577 1.64	231	0.42959	e	0.30000	e
W_{651}	1296 2.65	521	0.49289	d	0.38200	e
W_{652}	7632 11.63	153	0.34549	e	0.19000	e
W_{653}	3200 55	519	0.35510	e	0.21500	e
W_{654}	692 1.64	235	0.36156	e	0.23500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{655}	6011 10.64	397	0.37567	e	0.24750	d
W_{656}	6541 11.5	696	0.42026	e	0.31000	e
W_{657}	7460 10.63	138	0.45881	e	0.32200	e
W_{658}	4229 7.4	344	0.45097	e	0.34000	e
W_{659}	1984	557	0.41109	e	0.25500	e
W_{660}	214 1.66	764	0.48057	e	0.35260	d
W_{661}	4450 7.65	650	0.49255	d	0.38000	e
W_{662}	4135 7.65	627	0.51686	d	0.38500	e
W_{663}	6545 11.65	697	0.42663	e	0.28000	e
W_{664}	5007 4.66	849	0.40215	e	0.24500	e
W_{665}	8345 12.63	200	0.43444	e	0.32500	e
W_{666}	8230 12.63	193	0.31748	e	0.19000	e
W_{667}	6001 8.63	3	0.42367	e	0.28000	e
W_{668}	6136 9.63	34	0.40956	e	0.25000	e
W_{669}	1985 3.65	558	0.40558	e	0.25200	e
W_{670}	5902 10.65	663	0.36548	e	0.25500	e
W_{671}	7147 10.63	117	0.41587	e	0.28500	e
W_{672}	228 1.64	222	0.38486	e	0.25500	e
W_{673}	6174 10.64	402	0.42384	e	0.29250	d

B, W Lfd.Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{674}	423 1.64	227	0.36567	e	0.18200	e
W_{675}	1490 2.66	788	0.35911	e	0.22000	d
W_{676}	6705 11.64	425	0.44955	e	0.31750	d
W_{677}	408 1.64	226	0.48319	e	0.34200	e
W_{678}	3334 3.66	830	0.44113	e	0.30500	e
W_{679}	4807 8.64	373	0.40567	e	0.29500	d
W_{680}	870 1.64	251	0.39449	e	0.20500	e
W_{681}	987 2.64	253	0.43944	e	0.31500	e
W_{682}	6661 11.65	712	0.36426	e	0.23500	e
W_{683}	7517 12.64	472	0.47398	e	0.34500	e
W_{684}	7793 11.63	163	0.51272	e	0.38500	e
W_{685}	6283 9.63	47	0.38757	e	0.29000	e
W_{686}	6567 11.64	416	0.47567	e	0.33000	d
W_{687}	6057 9.63	22	0.41993	e	0.30000	e
W_{688}	2729 4.64	303	0.51026	t	0.37500	e
W_{689}	7137 10.63	114	0.43814	e	0.32000	e
W_{690}	2184 3.64	284	0.40895	e	0.27000	e
W_{691}	1667 2.64	267	0.41064	e	0.26500	e
W_{692}	6005 8.63	1	0.41531	e	0.28500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{693}	3061 5.65	591	0.43105	e	0.29000	e
W_{694}	3063 5.65	587	0.36486	e	0.20500	e
W_{695}	3180 5.65	598	0.30997	e	0.19000	e
W_{696}	2012 3.65	553	0.42414	e	0.32500	e
W_{697}	248 1.65	482	0.57394	d	0.45000	e
W_{698}	1863 3.65	540	0.38064	e	0.25000	e
W_{699}	7245 10.63	122	0.35684	e	0.24000	e
W_{700}	6473 9.63	68	0.34490	e	0.18000	e
W_{701}	1006 2.64	256	0.32798	e	0.19000	e
W_{702}	3098 5.65	590	0.43007	e	0.29000	e
W_{703}	7332 12.65	751	0.44539	e	0.28500	e
W_{704}	6295 10.65	680	0.39717	e	0.27000	e
W_{705}	1888 2.66	803	0.42436	d	0.32000	e
W_{706}	4608 7.64	365	0.45391	e	0.26800	e
W_{707}	6671 11.65	713	0.35306	e	0.21000	e
W_{708}	7524 12.64	470	0.44834	e	0.34000	e
W_{709}	254 1.65	486	0.36535	e	0.21000	e
W_{710}	8231 12.63	194	0.33254	e	0.20000	e
W_{711}	6002 8.63	15	0.40802	e	0.28000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon. Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{712}	6878 10.63	96	0.40293	e	0.27500	e
W_{713}	7909 11.63	172	0.32105	e	0.16500	e
W_{714}	7363 12.64	461	0.50896	e	0.37500	d
W_{715}	973 2.65	506	0.47955	d	0.39000	e
W_{716}	7359 12.64	458	0.52974	e	0.40500	d
W_{717}	1611 2.66	792	0.41481	e	0.29000	e
W_{718}	3436 6.65	612	0.35103	e	0.22500	e
W_{719}	2647 4.64	301	0.37619	e	0.23200	e
W_{720}	1886 2.66	807	0.46887	e	0.34350	d
W_{721}	7365 12.64	464	0.39277	e	0.25100	d
W_{722}	1062 2.64	259	0.40845	e	0.27500	e
W_{723}	7451 10.63	137	0.44599	e	0.30500	e
W_{724}	7393 10.63	131	0.38383	e	0.27500	e
W_{725}	7634 11.63	155	0.38268	e	0.25700	e
W_{726}	1411 2.65	524	0.42384	e	0.31200	e
W_{727}	6137 9.63	35	0.37310	e	0.24000	e
W_{728}	6130 9.63	32	0.41267	e	0.28500	e
W_{729}	4137 7.65	631	0.48537	d	0.36500	e
W_{730}	6420 11.65	689	0.40881	e	0.26000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{731}	7814 11.63	166	0.41916	e	0.26000	e
W_{732}	2572 4.64	300	0.48685	e	0.35000	e
W_{733}	2475 4.65	570	0.41843	e	0.26500	e
W_{734}	2577 4.65	573	0.39489	e	0.25500	e
W_{735}	7360 12.64	459	0.40492	e	0.23400	d
W_{736}	7394 12.64	465	0.36126	e	0.24500	e
W_{737}	2356 4.65	563	0.48911	d	0.38000	e
W_{738}	3579 6.65	616	0.38194	e	0.26000	e
W_{739}	138 1.65	477	0.41385	e	0.26800	e
W_{740}	7750 11.63	161	0.40965	e	0.35500	e
W_{741}	7301 10.63	127	0.49125	e	0.35500	e
W_{742}	6284 9.63	48	0.39270	e	0.26500	e
W_{743}	5985 8.63	19	0.41216	e	0.28500	e
W_{744}	8061 11.63	178	0.42228	e	0.30000	e
W_{745}	1976 3.64	275	0.39600	e	0.27000	e
W_{746}	6297 10.65	678	0.35732	e	0.28500	e
W_{747}	3323 5.64	314	0.39974	e	0.27000	e
W_{748}	2871 5.65	584	0.44132	e	0.34250	d
W_{749}	211 1.66	763	0.43484	e	0.31800	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{750}	4730 8.64	369	0.45328	e	0.31000	d
W_{751}	2495 4.64	292	0.35247	e	0.21500	e
W_{752}	5709 5.66	868	0.50587	d	0.40000	e
W_{753}	1885 2.66	805	0.38766	e	0.25500	e
W_{754}	165 1.65	479	0.41667	e	0.30500	e
W_{755}	2380 3.64	289	0.46822	d	0.34500	e
W_{756}	98 1.64	211	0.38406	e	0.20500	e
W_{757}	6091 5.66	878	0.43652	e	0.31200	e
W_{758}	4307 7.64	349	0.40637	e	0.29800	e
W_{759}	424 1.64	228	0.33336	e	0.20000	e
W_{760}	5574 5.66	862	0.46272	e	0.32500	d
W_{761}	5728 5.66	871	0.36263	e	0.14500	e
W_{762}	6343 9.63	56	0.45990	e	0.33000	e
W_{763}	6571 11.64	418	0.38184	e	0.26400	d
W_{764}	1271 2.65	516	0.36274	e	0.22500	e
W_{765}	250 1.65	484	0.31259	e	0.19500	e
W_{766}	1042 2.65	507	0.46149	e	0.32000	e
W_{767}	6177 10.65	675	0.38235	e	0.27000	e
W_{768}	3269 5.65	602	0.42903	e	0.31500	e
W_{769}	7131 11.64	451	0.35419	e	0.25000	d

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{770}	8038 11.63	175	0.44951	e	0.31000	e
W_{771}	7895 11.63	170	0.44092	e	0.30250	e
W_{772}	91 1.64	212	0.43667	e	0.28000	e
W_{773}	7141 11.64	449	0.31468	e	0.22000	d
W_{774}	6772 11.65	146	0.45966	e	0.32000	e
W_{775}	6963 11.65	738	0.44348	e	0,32500	e
W_{776}	1880 2.66	801	0.41466	e	0.27000	e
W_{777}	7252 12.65	749	0.43218	e	0.27800	e
W_{778}	6089 5.66	881	0.36628	e	0.28000	e
W_{779}	439 1.65	491	0.39881	e	0.28500	e
W_{780}	4132 7.65	629	0.45966	e	0.31500	e
W_{781}	1409 2.65	522	0.41464	e	0.27000	e
W_{782}	6213 9.63	41	0.41478	e	0.24000	e
W_{783}	6256 9.63	44	0.37322	e	0.21000	e
W_{784}	7894 11.63	169	0.45879	e	0.33500	e
W_{785}	4130 7.65	634	0.47530	d	0.36500	e
W_{786}	2831 4.64	306	0.47567	e	0.32000	e
W_{787}	6497 10.64	414	0.36633	e	0.27000	d
W_{788}	6393 9.63	67	0.40201	e	0.26500	e
W_{789}	6423 11.65	692	0.40861	e	0.28500	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{790}	4264 7.65	641	0.45716	e	0.30800	e
W_{791}	7737 11.63	158	0.49905	e	0.36500	e
W_{792}	3203 5.65	596	0.44694	e	0.33000	e
W_{793}	2529 2.66	818	0.43502	e	0.26000	e
W_{794}	2869 5.65	583	0.37963	e	0.24000	e
W_{795}	1705 3.65	538	0.34919	e	0.22500	e
W_{796}	6003 8.63	20	0.36440	e	0.21000	e
W_{797}	7246 10.63	123	0.36433	e	0.22500	e
W_{798}	623 1.64	239	0.34503	e	0.19500	e
W_{799}	6659 11.65	709	0.31602	e	0.20700	e
W_{800}	5572 5.66	866	0.46604	d	0.35000	e
W_{801}	1609 2.66	794	0.37721	e	0.26000	e
W_{802}	6499 10.64	415	0.39432	e	0.22250	d
W_{803}	8083 11.63	182	0.40220	e	0.26500	e
W_{804}	6746 10.63	90	0.41452	e	0.28900	e
W_{805}	831 2.65	503	0.38217	e	0.21000	e
W_{806}	4326 7.64	352	0.39201	e	0.23500	e
W_{807}	3580 6.65	617	0.47792	d	0.38000	e
W_{808}	931 1.66	779	0.51708	d	0.40000	e
W_{809}	8089 11.63	186	0.45510	e	0.34000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{810}	7153 11.64	452	0.47165	e	0.35750	d
W_{811}	670 1.65	492	0.48612	d	0.37500	e
W_{812}	667 1.65	494	0.54640	d	0.44000	e
W_{813}	6655 9.63	82	0.46590	e	0.31000	e
W_{814}	6946 11.64	443	0.36635	e	0.25100	d
W_{815}	3267 5.65	600	0.44005	e	0.33250	d
W_{816}	575 1.64	230	0.36417	e	0.23000	e
W_{817}	6959 12.65	736	0.43726	e	0.28500	e
W_{818}	4260 7.65	647	0.50142	d	0.38000	e
W_{819}	2846 5.65	577	0.45142	e	0.34600	d
W_{820}	6530 11.65	706	0.51438	d	0.41000	e
W_{821}	8511 12.63	206	0.43677	e	0.30000	e
W_{822}	5982 8.63	9	0.42325	e	0.28000	e
W_{823}	7712 11.63	162	0.39027	e	0.27000	e
W_{824}	6619 11.64	423	0.40506	e	0.26000	d
W_{825}	2556 4.64	295	0.33329	e	0.21000	e
W_{816}	3769 6.64	326	0.39473	e	0.24500	e
W_{827}	5021 4.66	846	0.42724	e	0.27000	e
W_{828}	2489 2.66	815	0.40820	e	0.24000	e
W_{829}	6210 9.63	38	0.39519	e	0.25000	e

B, W Lfd. Nr.	HB Nr. Mon.Jahr	Kart. Nr.	T	t d e	G	t d e
W_{830}	6086 9.63	28	0.34196	e	0.19500	e
W_{831}	5286 5.66	859	0.43762	e	0.31500	e
W_{832}	3382 6.65	606	0.42524	e	0.28000	e
W_{833}	2361 4.65	568	0.43101	e	0.32000	e
W_{834}	7394 10.63	132	0.47593	e	0.32000	e
W_{835}	2010 3.65	551	0.41926	e	0.29200	e
W_{836}	3232 3.66	822	0.43126	e	0.30000	e
W_{837}	1761 2.64	269	0.35356	e	0.25000	e
W_{838}	2008 3.65	549	0.47250	e	0.32000	e
W_{839}	5980 8.63	6	0.49447	e	0.34500	e
W_{840}	2608 9.63	36	0.37600	e	0.24000	e
W_{841}	6312 10.65	682	0.32879	e	0.21500	e
W_{842}	665 1.65	496	0.38722	e	0.24000	e
W_{843}	1224 2.65	513	0.39522	e	0.25500	e
W_{844}	4461 7.65	655	0.49808	d	0.41000	e

Zusammenfassung

Durch direkte Beobachtungen und mit Hilfe von Modell-Versuchen wurden die Streuungen von Einflußgrößen, die für die Streuungen analytisch-chemischer Methoden relevant sein können, ermittelt. Mit den Streuungen der Einflußgrößen wurden unter Zuhilfenahme der "Theorie der Streuungszerlegung" von A.Mahling und des Fehlerfortpflanzungsgesetzes von C.F.Gauß die theoretischen Streuungen von Analysenmethoden berechnet.
Bei den drei untersuchten Methoden überdecken sich in jedem Falle die Vertrauensbereiche der theoretischen Gesamtstreuung und der empirisch gewonnenen Gesamtstreuung eines sorgfältigen, eingearbeiteten Untersuchers. Auch im Routinebetrieb war die Methode der Extraktionsfett-Bestimmung in dieser Weise fehlerdicht, während sich theoretische und empirische Konfidenzintervalle in der Routine bei der Kjeldahlmethode nur teilweise und bei der Trockenmassebestimmung nicht überdeckten. Es wurde begründet, daß bei "weichen Stellen" in einer Methode die Manipulationsstreuung in der Routine größer ist. Bei den Methoden konnten andere Haupteinflüsse auf die Streuung, zB. die Dispersion der Trockengeschwindigkeit und Volumenablesungen, festgestellt werden.
Verteilungen von Gehalten in einem Lebensmittel von verschiedenen Herstellern wurden darauf untersucht, ob sie sich durch eine Normalverteilung approximativ beschreiben ließen.

Drei Anpassungstests(Chiquadrat-, Lilliefors-Test. standardisierte g-Statistiken) lieferten an einer Stichprobe zum Teil widersprechende Ergebnisse, wenn man die Überschreitungswahrscheinlichkeit hoch ansetzt. Bei dem Quotient Fett in der Trokkenmasse zeigten alle Anpassungstests einen Widerspruch zur Annahme der Normalverteilung. Wenn man ohne Berücksichtigung der analytischen Methodenstreuung die Klassenbreite nach Mann und Wald festlegt, kann man zu-aus substanzwissenschaftlicher Sicht-absurden Ergebnissen beim Chiquadrat-Test kommen.
In der Trockenmassenregression stellte sich ein Umrechnungsfaktor von Kjeldahl-Stickstoff auf Fleischeiweiß ein, der mit ca. 5,5 niedriger als der klassische Faktor 6,25 lag. Es wurde bewiesen, daß Fremde Zusätze zu Fleischerzeugnissen mit Hilfe der Trockenmassenregression erkannt werden können. Da die diesbezügliche Testgröße , die sogenannte Differenz-Schranke, von der analytischen Methodenstreuung abhängt, können bei kleinerer Methodenstreuung Fremdzusätze um so eher erkannt werden.
In Brühwürsten wird nach der Korrelationsrechnung durch Erhöhung des Fettgehaltes der Wassergehalt und -in geringerem Maße- der Eiweißgehalt erniedrigt.
Schließlich werden Erfahrungen bei der Einführung statistischer Methoden in einen lebensmittelanalytischen Routinebetrieb mitgeteilt.

Herrn Prof.Dr.G.Schenck danke ich für die Diskussion und Unterstützung dieser Arbeit.
Meinem Diplomvater, Herrn Prof.Dr.W.Broser danke ich für die Diskussion der Konzeption der Arbeit.
Meinem akademischen Lehrer in mathemathischer Statistik, Herrn Prof.Dr.W.Wetzel danke ich für die vielen Diskussionen und Anregungen zu dieser Arbeit.
Herrn Dr.H.-J.Henning danke ich für die verständnisvolle Förderung der Arbeit im Rahmen der dienstlichen Obliegenheiten eines lebensmittelchemischen Untersuchungsamtes.
Herrn Dr.A.Mahling danke ich für die wissenschaftliche Betreuung und die ständige Bereitschaft zu Diskussionen.
Herrn Dr.P.Naeve und Herrn Prof.Dr.M.-D.Jöhnk danke ich für zahlreiche statistische Diskussionen.
Herrn N.Schnelle von der Firma IBM und Herrn Dr.A.Mahling danke ich für die Überlassung des Rechenprogrammes.
Den Herren Hendrischke, Schäfer, Klokau, von Treischel und Maek im Rechenzentrum des Innensenators danke ich für die Unterstützung dieser Arbeit.
Den chemischen Assistentinnen Frl.Lehmann, Frau Klawitter, Frl.Machut und Herrn Schäfer danke ich für die Durchführung der Routinearbeiten.
Ferner danke ich den Kanzleikräften Fr.Barlösius, Fr.Benne und Fr.Hahn sowie dem Berliner Gewerbeaußendienst.

Diese Arbeit wurde unter Leitung von Herrn Prof.Dr.G.Schenck in der Landesanstalt für Lebensmittel-,Arzneimittel- und Gerichtliche Chemie Berlin (Leitender Chemiedirektor: Dr.H.-J.Henning) von 1964 bis 1969 durchgeführt.

Lebenslauf

Am 29.11.1932 wurde ich als Sohn des Lehrers Wilhelm Rögner und seiner Ehefrau Elfriede in Berlin geboren.
Hier besuchte ich die Volksschule und die Lilienthal-Oberschule, die ich 1951 mit der Abitur-Note "Gut" verließ. Danach besuchte ich die Höhere Wirtschaftsschule. Nach Aufnahme des Chemiestudiums an der Freien Universität Berlin legte ich dort 1957 die Vorprüfung und 1962 die Diplomhauptprüfung mit "Gut" ab. Die Diplomarbeit "Darstellung und spektroskopische Kennzeichnung von m-Methylsubstituierten 4.4!4!'-Trimethoxytritanolen und deren Farbsalzen" fertigte ich unter Leitung von Herrn Professor Dr.W.Broser an.

Seit 1961 bin ich verheiratet und habe einen Sohn.
1962 wurde ich von der Landesanstalt für Lebensmittel-,Arzneimittel- und Gerichtliche Chemie Berlin angestellt, wo ich zZt. als Oberchemierat tätig bin.
1963 bestand ich die Vorprüfung und 1964 die staatliche Hauptprüfung als Lebensmittel-Chemiker mit "Gut". 1967 bestand ich die Statistik-Prüfung als Teil der Diplomprüfung für Volkswirte. 1969 nahm ich an einem Programmierer-Lehrgang teil.

Peter Rögner